

PCT

世界知的所有権機関
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



<p>(51) 国際特許分類6 B22F 1/02, C22C 33/02</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO98/41347</p> <p>(43) 国際公開日 1998年9月24日(24.09.98)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP98/01147</p> <p>(22) 国際出願日 1998年3月18日(18.03.98)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平9/66767 1997年3月19日(19.03.97) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 川崎製鉄株式会社(KAWASAKI STEEL CORPORATION)[JP/JP] 〒651-0075 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号 Hyogo, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 尾崎由紀子(OZAKI, Yukiko)[JP/JP] 上ノ菌聡(UENOSONO, Satoshi)[JP/JP] 小倉邦明(OGURA, Kuniaki)[JP/JP] 〒260-0835 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社 技術研究所内 Chiba, (JP)</p> <p>(74) 代理人 弁理士 小杉佳男, 外(KOSUGI, Yoshio et al.) 〒105-0003 東京都港区西新橋3丁目3番3号 ペリカンビル4階 Tokyo, (JP)</p>		<p>(81) 指定国 CA, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
<p>(54)Title: IRON BASE POWDER MIXTURE FOR POWDER METALLURGY EXCELLENT IN FLUIDITY AND MOLDABILITY, METHOD OF PRODUCTION THEREOF, AND METHOD OF PRODUCTION OF MOLDED ARTICLE BY USING THE IRON BASE POWDER MIXTURE</p> <p>(54)発明の名称 流動性と成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物、その製造方法及び該鉄基粉末混合物による成形体製造方法</p> <p>(57) Abstract An iron base powder mixture capable of providing excellent fluidity at room temperature and in a warm state and reducing an extruding force in molding and having improved moldability; a method of production of this mixture; and a method of production of a high density molded article by using the mixture. The iron base powder mixture contains iron base powder, a lubricant and alloying powder, and at least one of the components is coated with at least one surface treating agent selected from the group consisting of organoalkoxysilanes, organosilazanes, titanate coupling agents and fluorocoupling agents. The iron base powder mixture is press-molded at a temperature higher than the lowest melting point but lower than the highest melting point of the lubricants contained in the mixture.</p>		

(57) 要約

本発明は、室温および温間において、優れた流動性が得られ、さらには成形時の抜出力低減が可能な成形性が改善された粉末冶金用鉄基粉末混合物、その製造方法並びに該鉄基粉末混合物を用いた高密度の成形体の製造方法を提供することを目的としている。その手段は、鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる１種以上を、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤から選ばれる１種以上である表面処理剤によって被覆するようにする。また、このような鉄基粉末混合物を、含有する潤滑剤の最低融点以上でかつ最高融点未満で、加圧成形する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード（参考情報）

AL	アルバニア	FR	フランス	LT	リトアニア	SN	セネガル
AM	アルメニア	GB	イギリス	LV	ラトヴィア	SD	スーダン
AT	オーストリア	DE	ドイツ	MC	モナコ	SG	シンガポール
AZ	アゼルバイジャン	EE	エストニア	MD	モルドバ	SI	スロベニア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	EG	エジプト	MG	マダガスカル	TJ	タジキスタン
BB	バハマ	GR	ギリシャ	MK	マケドニア共和国	TM	トルクメニスタン
BF	ブルキナファソ	GU	グアム	ML	マリ	TR	トルコ
BG	ブルガリア	HN	ホンデュラス	MR	モーリタニア	UA	ウクライナ
BJ	ベナン	IE	アイルランド	MX	メキシコ	UG	ウガンダ
BY	ベラルーシ	IT	イタリア	MN	モンゴル	US	米国
CA	カナダ	JP	日本	NE	ニジェール	UZ	ウズベキスタン
CC	ココス（キリング）諸島	KE	ケニア	NL	オランダ	VN	ベトナム
CH	スイス	KG	キルギス	NO	ノルウェー	YU	ユーゴスラビア
CI	コートジボワール	KZ	カザフスタン	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CM	カメルーン	LA	ラオス	PT	ポルトガル		
CN	中国	LR	ラトヴィア	RO	ルーマニア		
CU	キューバ	LS	レソト	RS	セルビア		
DZ	アルジェリア			SE	スウェーデン		
EC	エクアドル			SI	スロベニア		
EE	エストニア			SK	スロバキア		
EG	エジプト			SL	シエラレオネ		

明 細 書

流動性と成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物、その製造方法及び
該鉄基粉末混合物による成形体製造方法

技術分野

- 5 本発明は、鉄粉、合金鋼粉などの鉄基粉末に、黒鉛粉、銅粉などの合金用粉末及び潤滑剤を添加、混合した粉末冶金用鉄基粉末混合物に係わる。さらに詳しくは、前記添加物の偏析およびダストの発生が少なく、且つ常温から 200℃程度の温度までの広い温度範囲で流動性および成形性が極めて優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物、その製造方法並びに該鉄
- 10 基粉末混合物を用いた成形体の製造方法に関する。

背景技術

- 粉末冶金に原料として用いる鉄基粉末混合物は、ベースとする鉄粉に、銅粉、黒鉛粉、燐化鉄粉などの合金用粉末と、必要に応じて切削性
- 15 改善用粉末とを加え、さらにステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸鉛などの潤滑剤を混合して製造するのが一般的である。そこで使用する潤滑剤は、鉄粉との混合性や、焼結時の散逸性を判断基準に選択されてきた。

- ところで、粉末冶金の分野では、近年、高強度焼結部材を欲する要求
- 20 が高まっている。この要求に答えて、金型に充填した粉末をある程度の温度に加熱しつつ成形し、得られた成形体を従来より高密度で、且つ高強度にする所謂「温間成形技術」が開発された（例えば、特開平 2-156002号、特公平 7-103404号、USP 第 5,256,185号、USP 第 5,368,630号公報参照）。この温間成形技術で使用する鉄粉に含有させる潤滑剤

は、前記判断基準以外に、成形時の潤滑性が重視される。すなわち、潤滑剤の一部または全部を熔融させて、鉄粉粒子間に該潤滑剤を均一に分散させ、粒子間及び金型と成形体間の摩擦抵抗を下げ、原料粉末の成形性を向上させたいからである。しかしながら、従来の粉末混合物は、混合する合金用粉末などが偏析を起こすという問題があった。つまり、一般に、粉末の混合物は、粒径、粒子形状および粒子密度の異なる粉末を含んでいるため、混合後の輸送、ホッパへの装入、払出し、又は成形処理などの際に、容易に偏析が生じてしまうのである。

例えば、鉄基粉末と黒鉛粉との混合物は、トラック輸送中の振動によって、輸送容器内において偏析が起こり、黒鉛粉が表面に浮かび上がることは良く知られている。また、ホッパに装入された粉末混合物は、ホッパ内の移動で偏析を生じ、ホッパより排出する初期、中期、終期で、それぞれ排出物中の黒鉛粉濃度が異なるようになる。さらに、偏析のある粉末混合物で製造した最終的な焼結製品は、これら偏析に起因して、製品毎に、化学組成、寸法あるいは強度のばらつきを生じ、不良品となる恐れがある。加えて、黒鉛粉などは、通常微粉であるため、粉末混合物の比表面積を増大し、その結果、該粉末混合物の流動性を低下させる。このような流動性の低下は、該粉末混合物の成形用金型への充填速度を低下させるので、成形体の生産速度を低下させてしまう。

このような粉末混合物に生じる偏析を防止する技術として、特開昭56-136901号公報や特開昭58-28321号公報は、結合剤を添加する技術を開示している。しかしながら、粉末混合物に偏析が起きないように、結合剤の添加量を増加させると、該粉末混合物自体の流動性が低下するという問題が生じた。

また、本発明者らは、先に特開平1-165701号公報、特開平2-47201号公報において、金属石鹼又はワックスとオイルとの共溶融物を結合

剤として用いる技術を提案した。これら公報記載の技術は、粉末混合物の偏析と、それをハンドリングする時の発塵を従来より格段に低減すると共に、流動性をも改善するものであった。しかしながら、これらの技術を用いても、上述の偏析を防止する手段、つまり結合剤の増量に起因して、粉末混合物の流動性が経時的に変化するという別の問題を生じた。

そこで、本発明者らは、特開平 2- 57602号公報で、高融点のオイルと金属石鹼の共溶融物を結合剤に用いる技術を提案した。その技術は、前記共溶融物の物性の経時変化が少なく、粉末混合物の流動性の経時的な変化を低減するものであった。しかしながら、この技術では、常温で固体の高融点飽和脂肪酸及び金属石鹼を鉄基粉末に混合するので、該粉末混合物の見掛け密度が変化してしまうというさらに別の問題があった。この問題を解決するため、本発明者らは、特開平 3-162502号公報で、鉄基粉末の表面を脂肪酸で被覆した後、その鉄基粉末表面に、脂肪酸と金属石鹼との共溶融物で合金用粉末などの添加物を付着させ、さらに、その外表面に金属石鹼を添加するという技術を提案している。

これら特開平 2- 57602号公報や特開平 3-162502号公報記載の技術は、粉末混合物の偏析、発塵等の問題をかなり解決できた。しかしながら、粉末混合物の流動性、とりわけ、該混合物を 150℃程度まで加熱し、同じく加熱した金型内へ充填した後に成形する所謂「温間成形」時の流動性が不十分であった。また、前記した特開平 2-156002号公報、特開平 7-103404号公報、USP 5,256,185 号公報、およびUSP 5,368,630 号公報に記載された粉末混合物の温間での成形性を改善する技術も、低融点の潤滑剤成分が粒子間に液架橋を形成するので、温間での流動性をさほど良くしなかった。粉末混合物の流動性が不十分であると、それによって製造する成形体の生産性が阻害されるばかりでなく、成形体の

密度にばらつきを生じ、最終製品である焼結体の特性が変動する原因になる。さらに、前記特開平 2-156002号公報などで開示された「温間成形技術」では、高密度且つ高強度の鉄基粉末成形体を製造できるが、成形体を金型から抜く際の抜出力が大きくなるという難点があり、成形体
5 表面にキズを発生させたり、金型の寿命を短くするといった問題もあった。

本発明は、かかる事情に鑑み、室温のみならず温間においても、流動性や成形性が従来より優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物およびその製造方法を提供すると共に、該鉄基粉末混合物を用いて、高密度で且つ高強
10 度の成形体を得るための製造方法を提供することを目的としている。

発明の開示

まず、本発明者らは、潤滑剤等の有機化合物を混合した金属粉末の流動性が混合していない金属粉末に比べて極端に悪くなる原因について研
15 究した。そして、該原因が、金属粉末と有機化合物の摩擦抵抗および付着力の大きいことにあると知見し、該摩擦抵抗及び付着力の低減策を鋭意検討した。その結果、温間領域（200℃程度）まで安定な、ある種の有機化合物で金属粉末粒子の表面を表面処理（被覆）すれば、摩擦抵抗が低減すること、さらには、金属粉末粒子表面の表面電位を有機化合物
20 （前記表面処理剤を除く）の表面電位に近づけて、混合時における異種粒子間の接触帯電が抑制され、静電気力による粒子間付着が阻止されることを突き止めた。

また、本発明者らは、粉末混合物の成形性を改善するために、種々の固体潤滑剤の効果を検討した。そして、室温および温間の温度領域で、
25 層状の結晶構造を有する無機または有機化合物が、また、温間では、100℃以上で塑性変形をする熱可塑性樹脂またはエストラマーが、成形

時に金型から成形体を抜出す力（以下、抜出力という）を低くし、成形性を向上させることを見出した。さらに、流動性の改善のために施す前記表面処理剤で金属粉末表面を被覆することが、副次的に前記抜出力を低減し、成形性を向上させる効果をも発揮することを見出し、本発明

5 に具現化した。

すなわち、本発明は、鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、下記表面表面処理剤の群の中から選ばれる1種以上の表面処理剤によって被覆された粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物である。

10

記

オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤

また、本発明は、鉄基粉末と、該鉄基粉末に溶融・固着した潤滑剤と、該潤滑剤により鉄基粉末に付着した合金用粉末と、遊離した潤滑剤粉末とを含む鉄基粉末混合物であって、前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる1種以上が、前記表面処理剤の群から選ばれる1種以上の表面処理剤によって被覆された粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物である。

15 20

なお、本発明では、上記群から選ばれる表面処理剤に代え、鉱物油あるいはシリコンオイルを用いても良い。この場合、鉱物油としては、アルキルベンゼンの使用が好ましい。

ここで、上記本発明でベースとして使用する鉄基粉末には、アトマイズ鉄粉、還元鉄粉などの純鉄粉、部分拡散合金化鋼粉、あるいは完全合金化鋼粉など公知のものが使用できる。部分拡散合金化鋼粉としては、

25

特に、Cu、Ni、Moの1種以上を部分合金化した鋼粉が好適であり、完全合金化鋼粉としては、特に、Mn、Cu、Ni、Cr、Mo、V、Co、Wの1種以上を含む合金鋼粉が好適である。

合金用粉末には、黒鉛粉末、銅粉末、亜酸化銅粉末以外に、MnS 粉末、Mo粉末、Ni粉末、B粉末、BN粉末、ホウ酸粉末などが例示され、それらを併用することもできる。黒鉛粉末、銅粉末、亜酸化銅粉末は、最終製品である焼結体の強度を上昇させるので、特に好ましい。なお、合金用粉末の含有率は、鉄基粉末100wt %に対して0.1 ~10wt%であることが好ましい。これは、黒鉛粉末、Cu、Mo、Niなどの金属粉末、ボロン粉末などの合金用粉末を0.1 wt%以上含有させることで、最終的に得られる焼結体の強度が優れ、逆に10wt%を超えると該焼結体の寸法精度が低下するからである。

また、前記した表面処理剤のオルガノアルコキシシランとは、 $R_4-m-Si(O C_n H_{2n+1})_m$ [Rは有機基、n、mは整数、 $m=1\sim3$]なる構造を有する物質であるが、有機基Rは、置換基を有していても有していなくても良い。しかし、本発明では、特に非置換基を有するものの使用が好ましい。置換基としては、アクリル基、エポキシ基、及びアミノ基のいずれかであることがより好ましい。

前記オルガノシラザンとしては、一般式 $R_n Si(NH_2)_{4-n}$ 、 $(R_3Si)_2NH$ 、 $R_3SiNH(R_2SiNH)_n SiR_3$ 、 $(R_2SiNH)_n$ 、 $R_3SiNH(R_2SiNH)_n SiR_3$ で表されるものが、挙げられる。

一方、本発明では、潤滑剤として脂肪酸アミド及び／又は金属石鹸を使用する。これにより、鉄基粉末混合物の偏析、発塵が確実に防止され、且つ流動性、成形性が向上するからである。なお、前記脂肪酸アミドの粉末混合物での含有率は、0.01~1.0wt %、金属石鹸の含有率は、0.01~1.0wt %とするのが好ましい。脂肪酸アミドとしては、エチレン

ステアリン酸ビスアミド及び脂肪酸ビスアミド、金属石鹼としては、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウムの使用が良い。

また、別の潤滑剤としては、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、熱可塑性樹脂及び熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上を使用しても良い。層状の結晶構造を有する無機化合物には、黒鉛、フッ化炭素および MoS_2 から選ばれる1種以上の使用が好ましく、また、前記層状の結晶構造を有する有機化合物としては、メラミン-シアヌル酸付加化合物(MCA)又はN-アルキルアスパラギン酸- β -アルキルエステルであることが好ましい。前記熱可塑性樹脂としては、粒径が $30\mu\text{m}$ 以下の粉末状のポリスチレン、ナイロン、ポリエチレンおよびフッ素樹脂から選ばれる1種又は2種以上の使用が好ましい。前記熱可塑性エラストマーとしては、粒径が $30\mu\text{m}$ 以下の粉末状の熱可塑性エラストマーであることが好ましい。さらに、前記熱可塑性エラストマーが、スチレン系熱可塑性エラストマー、オレフィン系熱可塑性エラストマー、アミド系熱可塑性エラストマーおよびシリコン系熱可塑性エラストマーから選ばれる1種又は2種以上とすることが、より好ましい。前記脂肪酸としては、リノール酸、オレイン酸、ラウリン酸、ステアリン酸などが用いられる。

なお、本発明でいう「遊離した潤滑剤粉末」とは、鉄基粉末、合金用粉末に付着せず、単に混合状態で存在するものであり、鉄基粉末混合物中の含有率は、加える潤滑剤の合計重量に対して、25重量%以上、80重量%以下であることが好ましい。

次に、前記した本発明に係る鉄基粉末混合物は、以下のような方法で製造され、その方法も本発明とする。

すなわち、代表的な本発明に係る鉄基粉末混合物の製造方法は、鉄基

- 粉末に、溶融した潤滑剤で合金用粉末を固着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、前記鉄基粉末および合金用粉末に、下記潤滑剤群の中から選ばれる2種以上の潤滑剤を加えて混合し、混合物とする
- 1 次混合工程、前記1次混合で得た混合物を、加えたいずれかの潤滑剤
- 5 の融点以上に加熱しつつ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を溶融する溶融工程、前記溶融工程で得た混合物を、攪拌しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加すると共に、前記鉄基粉末の表面に溶融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着する表面処理・固着工程、前記表面処理・固着工程で得た混合物に、さらに、下記潤滑剤群
- 10 の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程
- とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法である。

記

- 潤滑剤群：脂肪酸アミド、金属石鹼、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物、及び層状の結晶構造を有する有機化合物
- 15

- かかる本発明では、前記1次混合工程で加える潤滑剤を、脂肪酸アミド及び前記潤滑剤群の中から選ばれた1種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を脂肪酸アミドとすることが好ましい。また、前記1次混合工程で加える潤滑剤を、金属石鹼及び前記潤滑剤群の中から選ばれた1種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を金属石鹼としても良い。なお、本発明では、前記の加える潤滑剤を1種のみとする場合があっても良い。
- 20

- 25 本発明に係る別の代表的な製造方法は、鉄基粉末に、溶融した潤滑剤で、合金用粉末を固着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法におい

- て、鉄基粉末および合金用粉末を表面処理剤で被覆する表面処理工程、前記鉄基粉末及び合金用粉末に、前記潤滑剤群の中から選ばれる２種以上の潤滑剤を加えて混合物とする１次混合工程、前記１次混合工程で得た混合物を、加えたいずれかの潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌し、
- 5 該融点以下の潤滑剤を溶融する溶融工程、前記溶融工程で得た混合物を攪拌しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に溶融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着させる固着工程、前記固着工程で得た混合物に、さらに、前記潤滑剤群の中から選ばれる１種以上の潤滑剤を加えて混合する２次混合工程とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末
- 10 冶金用鉄基粉末混合物の製造方法である。

- かかる本発明でも、前記１次混合工程で加える潤滑剤を、脂肪酸アミド及び前記潤滑剤群の中から選ばれた１種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を脂肪酸アミドとすることが好ましい。また、前記１次混合工程で加える潤滑剤を、金属石鹼及び前記潤滑剤群の中から選ばれた
- 15 １種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を金属石鹼としても良い。さらに、１次混合工程で加える潤滑剤を、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石けんの中から選ばれる２種以上とし、２次混合工程で加える潤滑剤を１次混合のものと同様にしても良い。なお、本発明でも、前記の加える潤滑剤を１種のみとする場合があっても良い。
- 20 これらの製造方法で用いる表面処理剤には、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤から選ばれる１種以上の使用が好ましく、また、前記表面処理剤に代え、鉱物油又はシリコンオイルを使用しても良い。さらに、本発明では、前記２次混合時に加える潤滑剤の重量比率を、該潤滑剤及び
- 25 前記１次混合時に加える潤滑剤の合計重量に対し、２５重量％以上、８０重量％以下とするのが好ましい。

次に、成形体を製造する本発明としては、上記したいずれかの鉄基粉末混合物を、金型内で加圧して抜き出し、成形体とするに際し、前記金型内での該鉄基粉末混合物の温度を、該混合物に含まれる潤滑剤の最低融点以上、最高融点未満の範囲とすることを特徴とするものである。

- 5 以上、本発明の主な構成要件について述べたが、本発明の最も重要な事項である表面処理剤及び潤滑剤の粉末混合物の流動性や成形性との関係について、以下で詳しく説明する。

前述したように、一般に、潤滑剤等の有機化合物を混合した金属粉末の流動性は、混合していない金属粉末に比べて極端に悪くなる。その原因は、金属粉末と有機化合物の間の摩擦抵抗および付着力が大なるため
10 である。対策としては、金属粉末の表面をある種の有機化合物で表面処理（被覆）して摩擦抵抗を減少させると共に、金属粉末の表面電位を有機化合物（本発明の表面処理剤を除く）の表面電位に近づけて、それらを混合した時の異種粒子間接触帯電を抑制し、静電気力による粒子間付
15 着を阻止することが考えられる。つまり、摩擦抵抗と接触帯電の低下という複合効果で、混合粉末の流動性を改善することができる。とりわけ、常温から200℃程度の温度領域までの温間成形にも対応し得るよう
に安定した流動性が確保できるのである。

本発明では、その有機化合物に、オルガノアルコキシシラン、オルガ
20 ノシラザン、シリコンオイル、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤等を用いる。これらの有機化合物、つまり表面処理剤は、その嵩高な分子構造に起因した潤滑機能を有する上に、脂肪酸や鉱物油等
に比べ、高温域で安定なため、室温からおよそ200℃の広い温度範囲で潤滑機能を発揮する。特に、オルガノアルコキシシラン、オルガ
25 ノシラザン、及びチタネート系あるいはフッ素系のカップリング剤は、金属粉末の表面に存在する水酸基と該表面処理剤分子中の所定の官能基

と縮合反応を起こし、金属粉末粒子の表面に有機化合物が化学結合する。その結果、金属粉末粒子の表面が改質され、高温においても粒子表面から剥がれたり流れることがなく、高温での表面改質効果が顕著である。

- 5 オルガノアルコキシシランとしては、有機基が非置換のもの、有機基の置換基がアクリル基、エポキシ基、アミノ基のいずれでも良いが、特に非置換のものが好ましい。また、これらは、異種のを混合して使用することもできる。しかし、エポキシ基を有するもの及びアミド基を有するものは、互いに反応して変質するので、混合には適さない。なお、オルガノアルコキシシランの中のアルコキシ基 ($C_n H_{2n+1} O -$)
- 10 の数は、少ない方が好ましい。

- 有機基が非置換のものとしては、メチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシランが挙げられる。また、有機基の置換基がアクリル基のものとしては、 γ -メタクリロキシ
- 15 プロピルトリメトキシシランが、エポキシ基のものとしては、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランが、アミノ基のものとしては、N- β (アミノエチル) γ -アミノプロピルトリメトキシシランなど可以使用できる。さらに、上記オルガノアルコキシシランの中では、有機基中の水素の一部がフッ素に置換された所謂フッ素系カップリング剤も使用
- 20 できる。チタネート系カップリング剤では、イソプロピルトリイソステアロイルチタネートが使用できる。

オルガノシラザンとしては、アルキルシラザンが好ましく、分子量の大きいポリオルガノシラザンも使用できる。

- これらの表面処理剤以外にも、本発明では、シリコーンオイルあるいは
- 25 鉱物油も使用できる。シリコーンオイルは、その嵩高であり、金属粉末粒子の表面に吸着すると、粒子間の摩擦抵抗を下げ、流動性を改善

し、さらに熱的安定性から、広い温度領域で潤滑効果を有するためである。なお、表面処理剤として使用できるシリコンオイルとしては、ジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、メチル水素シリコンオイル、環状ポリメチルシロキサン、アルキル変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル、シリコンポリエーテル共重合体、脂肪酸変性シリコンオイル、エポキシ変性シリコンオイル、フロロシリコンオイルが挙げられる。鉱物油が利用可能な理由は、それが粉末の流動性を改善し、さらに、熱的に安定なので、広い温度領域で潤滑効果を有するからである。鉱物油としては、アルキルベンゼンの使用が好ましいが、本発明では、これに限るものではない。

これら表面処理剤の鉄基粉末混合物への添加率は、処理粉末100wt % に対して、0.001 ~1.0 wt%であることが好ましい。0.001wt %未満の場合は、流動性が低下し、1.0 wt%超えの場合も流動性が低下する。

次に、潤滑剤についてであるが、粉末混合物に含有させる主な理由は3つある。その一つは、潤滑剤が合金用粉末を鉄基粉末に固着させる結合剤として作用するからである。この作用により、合金用粉末の偏析や発塵が抑制できるという効果を生じる。二つ目は、潤滑剤が粉末混合物を加圧成形する際に、粉体の再配列・塑性変形を促進する作用を有するからである。その結果、成形体の圧粉密度が向上する。この作用は、主として固体状態で機能する潤滑剤の作用である。三つ目は、加圧成形した成形体を金型から抜き出す際に、金型壁面と成形体との摩擦抵抗を低減する作用である。この作用によって、抜出力が低減する。

このような効果を得るために、本発明に係る粉末混合物は、ベースとしての鉄基粉末に、合金用粉末と潤滑剤とを混合し、少なくとも1種の潤滑剤の融点以上に加熱した後、冷却して製造するのである。その際、使用する潤滑剤が1種の場合は、その潤滑剤を溶融し、2種以上の場合

は、融点が加熱温度以下である潤滑剤を溶融し、その溶融した潤滑剤が、鉄基粉末表面付近に存在する合金用粉末、あるいは未溶融の潤滑剤と、鉄基粉末の間に液架橋を形成して、鉄基粉末表面に前記合金用粉末及び／又は未溶融の潤滑剤を付着させる。そして、溶融した潤滑剤がその後に凝固する際に、前記合金用粉末を鉄基粉末に固着させるのである。例えば、添加した2種の潤滑剤の融点が、それぞれ100℃、146℃とすると、加熱温度を160℃として、2種とも溶融しても良く、130℃として1種を溶融し、他の1種を未溶融状態としても良い。

潤滑剤を溶融させる際、加熱温度が250℃を超えると、鉄基粉末の酸化が進み、その圧縮性を低下させる。そのため、本発明では、加熱は250℃以下で行うのが好ましく、潤滑剤の少なくとも1種の融点が250℃以下であることが望ましい。

また、鉄基粉末混合物を加圧成形する際に、粉体の配列・塑性変形を促進するのは、潤滑剤の結合剤としての作用である。そのため、潤滑剤は、鉄基粉末の表面に均一に分散させるのが望ましい。一方、加圧成形後の型抜きにおける抜出力を低減させるのは、型抜き時、固体状態で成形体の表面に存在する潤滑剤と、鉄基粉末表面から遊離した潤滑剤及び混合物の製造時に未溶融の状態では鉄基粉末表面に固着した潤滑剤の作用であり、とりわけ、後者の作用が重要である。

これら潤滑剤の2つの作用を両立させるため、本発明では、遊離状態で鉄基粉末粒子間に存在させる潤滑剤の量を、使用する全潤滑剤の合計量に対し、25重量%以上80重量%以下とするのが好ましい。25重量%未満では、成形体の抜出力が小さくならず、成形体の表面に疵を発生させる原因となる。一方、80重量%を超えると、合金用粉末の鉄基粉末への固着が弱くなり、合金用粉末の偏析を招き、最終製品である焼結体の品質バラツキを招く。なお、粉末混合物の中に遊離した潤滑剤を存在させ

るには、2次混合工程で再添加すれば良い。

これらの潤滑剤には、脂肪酸アミド及び／又は金属石鹼の使用が好ましく、あるいは、さらに加えて、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、熱可塑性樹脂及び熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上を含むのが好ましい。また、前記潤滑剤は、脂肪酸アミド及び／又は金属石鹼、さらに加えて、脂肪酸を含むのが一層好ましい。

潤滑剤に層状の結晶構造を有する化合物を用いると、成形時の抜出力が低減し、成形性が改善される。その理由は、該化合物は成形時に剪断応力を受け、結晶面に沿ってへき開し易いので、成形体内部で粒子間の摩擦抵抗が低減すると共に、成形体と金型間のすべり易さを生じるからと考えられる。この層状の結晶構造を有する無機化合物としては、黒鉛、 MoS_2 、フッ化炭素のいずれでも良く、粒度は細かい程、抜出力の低減に有効である。

また、層状の結晶構造を有する有機化合物としては、メラミンシアヌル酸付加化合物(MCA)又はN-アルキルアスパラギン酸- β -アルキルエステルを使用することができる。

さらに、熱可塑性樹脂又は熱可塑性エストラマーを、鉄基粉末及び合金用粉末に混合すると、成形時、とりわけ温間成形時の抜出力が低減する。熱可塑性樹脂は、温度上昇とともに降伏応力が下がり、より低い圧力によって容易に変形する特徴を有する。温間成形時、粒子状の熱可塑性樹脂を金属粉末に混合して、加熱しつつ成形すると、該熱可塑性樹脂粒子は、金属粒子間、あるいは金属粒子と金型壁面において容易に塑性変形し、結果的に金属面相互の摩擦抵抗を低減するのである。

熱可塑性エストラマーは、熱可塑性樹脂(硬質相)とゴム構造を持った高分子(軟質相)との混相組織を有する材料であり、温度上昇とともに

に硬質相である熱可塑性樹脂の降伏応力が低下し、より低い応力で容易に変形する。したがって、粒子状の熱可塑性エストラマーを金属粒子に混合し、温間成形に供した際には、上述の熱可塑性樹脂と同様の効果が生じる。なお、熱可塑性樹脂としては、ポリスチレン、ナイロン、ポリエチレンまたはフッ素樹脂の粒子が好適である。また、熱可塑性エストラマーとしては、硬質相のスチレン樹脂、オレフィン樹脂、アミド樹脂またはシリコン樹脂が挙げられ、特に、スチレン-アクリル、スチレン-ブタジエン重合体の使用が好ましい。さらに、上記熱可塑性樹脂または熱可塑性エラストマーの粒子サイズは、 $30\mu\text{m}$ 以下が好適であり、望ましくは $5\sim 20\mu\text{m}$ が最適である。 $30\mu\text{m}$ を超えだと、金属粒子間に樹脂やエストラマー粒子が十分に分散せず、潤滑効果が発揮されないからである。

以上述べた他に、潤滑剤としては、脂肪酸アミド及び／又は金属石鹸に、さらに加えて、脂肪酸を含むのものとしても良い。しかし、概して脂肪酸は、低融点の物質が多いので、 150°C 以上の高温で使用した場合、これが溶出して鉄基粉末粒子間に液架橋を形成する。そのため、粉末混合物の流動性が低下する傾向にあるので、その使用温度は、 150°C 以下程度に限定される。

潤滑剤についての説明の最後になるが、かかる潤滑剤の鉄基粉末混合物中での含有率は、合計量として、鉄基粉末 $100\text{wt}\%$ に対して $0.1\sim 2.0\text{wt}\%$ とするのが好ましい。 $0.1\text{wt}\%$ 未満では、該粉末混合物の成形性が低下し、 $2.0\text{wt}\%$ を超えると、該粉末混合物で製造した成形体の圧粉密度が低下し、該成形体の強度が低下するからである。さらに、本発明では、前記潤滑剤の一部または全てとして、金属石鹸及び脂肪酸アミドから選ばれる1種以上を含有することが好ましい。金属石鹸は、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ヒドロキシステアリン酸リチウ

ム、ステアリン酸カルシウム、ラウリン酸カルシウムなどから選ばれる。この金属石鹸の含有率は、鉄基粉末混合物を100wt %として、0.01 ~ 1.0 wt%含むのが好ましい。金属石鹸を0.01wt%以上含有すると、該混合物の流動性が良くなり、逆に1.0 wt%を超えると、該混合物で製造した成形体の強度が低下するからである。また、前記脂肪酸アミドは、脂肪酸モノアミドおよび脂肪酸ビスアミドから選ばれる。この脂肪酸アミドの鉄基粉末混合物中の含有率は、鉄基粉末100wt %に対し0.01 ~ 1.0wt %であることが好ましい。脂肪酸アミドを0.01wt%以上含有すると、該粉末混合物の成形性が向上し、逆に1.0 wt%を超えると、成形体の密度が低下するからである。

引き続いて、本発明では、流動性改善を目的として用いた前記表面処理剤が、粉末混合物の成形時に、成形体の抜出力を低減するという副次的効果も示したので、その機構についても述べておく。

温間成形法による粉末成形体の製造では、該成形体の密度が高いので、しばしば成形体表面の金属粉末が金型壁面への圧着し、成形体を抜き出す時に、大きな抜出力を必要としたり、成形体にキズを生じたりする。これに対し、前記したように、本発明に係る表面処理剤を用いて金属粉末の表面を予め被覆すると、金型壁面と成形体表面の金属粉末間に被膜が存在するため、成形体表面の粒子が金型へ圧着するのが防止される。従って、前記抜出力が低減され、さらには成形体のキズ発生などの問題が解消されるのである。

本発明では、この副次効果に着眼し、鉄基粉末混合物の高密度な成形体の製造方法をも提案する。

その成形体の製造方法は、上記した本発明に係る鉄基粉末混合物を原料として用いるものである。そして、該混合物を金型に充填し、所定温度に加熱しつつ、成形する。これによって、成形体は高密度化する。

その際の加熱温度は、1次混合工程で加える2種以上の潤滑剤の融点を基準に定められる。つまり、最低融点以上、最高融点未満の温度範囲とするのである。混合した2種以上の潤滑剤のうちの最低融点以上に加熱することで、溶融した潤滑剤が、毛管現象によって粉体の間隙に均一に浸透し、それにより加圧成形時に粉体の配列・塑性変形が有効に促進され、成形体は高密度化するからである。この場合、溶融させる潤滑剤は、合金用粉末を鉄基粉末の表面に固着する結合剤として作用するものであり、高い融点を有する潤滑剤は、粉末混合物の製造時に未溶融で鉄基粉末の表面に均一に分散させるか、あるいは遊離状態で粉末混合物中に存在させることになる。

一方、粉末混合物中に遊離して存在する潤滑剤、または溶融せず固体のまま存在する潤滑剤は、圧縮で高密度化した成形体の型抜き時に、金型と成形体との間隙に分散して、抜きだし時の抜出力を低減する。

全ての潤滑剤の融点未満の温度で成形した場合には、融解状態の潤滑剤が存在せず、粉体の配列・塑性変形は進行しない。また、成形体の密度上昇時に、粉体間隙に存在する潤滑剤が成形体表面に出現しないため、できあがった成形体の密度が低下する原因になる。さらに、全ての潤滑剤の融点を超える温度で成形した場合には、固体状態の潤滑剤が存在しないため、成形体の型抜き時に抜き出し力が増大し、成形体表面にキズが発生する。さらに、成形体の密度上昇時に、粉体間隙の融解した潤滑剤が成形体表面に排出され、粗大な空孔が発生して焼結体の機械的特性の低下を招く。従って、本発明では、かかる遊離した潤滑剤、または製造過程で溶融せずに固体のまま存在する潤滑剤と、溶融させる潤滑剤との量を調整することが非常に重要となるのである。

なお、潤滑剤のうち、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、および熱可塑性エラストマーに属する潤滑

剤は、融点という概念が存在しない。このため、本発明では、このような潤滑剤については、融点に代えて、熱分解温度または昇華開始温度を用いるものとする。

5 発明を実施するための最良の形態

以下、実施例に基づき、本発明の最良の形態を具体的に説明する。

〔実施例 1〕

- オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイルまたは
- 10 鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解し、表面処理剤の溶液を製造した。
- この溶液を、平均粒径 $78\mu\text{m}$ の粉末冶金用純鉄粉、又は合金用粉末の平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛、あるいは平均粒径 $25\mu\text{m}$ 以下の銅粉に適量噴霧した。得られた各粉末のそれぞれを、高速ミキサーで攪拌翼の回転数が 1000rpm の条件下、1分間混合した後、溶媒を真空乾燥機にて除
- 15 去し、さらに前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約 100°C で1時間加熱した。以上の処理を、表面処理工程 A 1 とする。

- 該表面処理工程 A 1 で使用した表面処理剤の種類及び添加量を表 1 に示す。表 1 中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表 16 に示す通りである。
- 20

- それぞれに表面処理工程 A 1 を施した、あるいは A 1 を施さない平均粒径 $78\mu\text{m}$ の粉末冶金用鉄粉と、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛と、平均粒径 $25\mu\text{m}$ 以下の銅粉とを混合し、潤滑剤としてステアリン酸モノアミド（融点： 100°C ）0.2 重量％、エチレンビスステアリン酸アミド（
- 25 融点： $146\sim 147^\circ\text{C}$ ）0.2 重量％を添加し、攪拌しながら 110°C で加熱した（1次混合工程及び溶融工程）。さらに、得られた混合物を攪拌し

ながら85℃以下に冷却した（固着工程）。

得られた各粉末混合物に対し、ステアリン酸アミド（融点：100℃）0.2重量％、ステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.15重量％を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。得られた粉末混合物を、それぞれ発明例1～11として互いに区別した。

比較のために、上記表面処理A1を施さない平均粒径78 μ mの粉末冶金用鉄粉、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛、および平均粒径25 μ m以下の銅粉を用い、上記と同様の処理を行い、粉末混合物を得た（比較例1）。

次に、上記処理で得た各粉末混合物の100gを、室温下で、垂直にした排出孔径5mm Φ のオリフィスに通して排出し、排出終了までの時間（流動度）を測定し、それらの流動性を調べた。実験結果を表1に示す。

表1の比較例1と発明例1～11との比較で明らかなように、本発明に係る表面処理工程を施した粉末混合物の流動性は、比較例1のものに比べ格段に良くなっている。

〔実施例2〕

平均粒径78 μ mの粉末冶金用純鉄粉、合金用粉末の平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛、平均粒径25 μ m以下の銅粉を混合し、その混合物に表面処理剤として、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系、フッ素系カップリング剤、シリコーンオイルまたは鉱物油で製造した溶液を適量噴霧した（表面処理工程B1という）。

これらの異なる表面処理剤で被覆された各粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した（1次混合工程）。その後、潤滑剤として、オレイン酸0.1重量％、ステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.3重量％を該混合物に添加し、攪拌しな

がら110℃で加熱した（溶融工程）。さらに、該混合物を85℃以下にまで冷却した（固着工程）。

表面処理B1で使用した表面処理剤の種類および添加量を表2に示す。表2中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

得られた各粉末混合物に対し、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.4重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。最終的に得られた混合物を発明例12～17とする。

比較のために、平均粒径78 μm の粉末冶金用鉄粉、平均粒径23 μm 以下の天然黒鉛、および平均粒径25 μm 以下の銅粉を混合し、上記表面処理B1を施さずに、それ以降は同様に処理した粉末混合物も得た（比較例2）。

次に、得られた各粉末混合物の100gで、実施例1と同様に流動性を調べた。実験結果を表2に示す。

表2の比較例2と発明例12～17との比較で明らかなように、本発明に係る表面処理工程を施した粉末混合物の流動性は、比較例のものに比べ格段に良くなっている。

〔実施例3〕

平均粒径78 μm の粉末冶金用純鉄粉、平均粒径23 μm 以下の天然黒鉛、平均粒径25 μm 以下の銅粉に、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド0.2重量%を添加し、攪拌しながら110℃で加熱した（1次混合、溶融工程）。その後、得られた混合物に、さらに、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系又はフッ素系カップリング剤、シリコーンオイル、鉱物油で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した。表面処理剤が被覆された各粉末混合物のそれぞれを、高速ミキサーで攪拌翼の回

転数が1000rpmの条件下、1分間混合した。その後、85℃以下に冷却した（表面処理・固着工程C1）。

表面処理／固着工程C1で使用した表面処理剤の種類および添加量を表3に示す。表3中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

得られた粉末混合物に対し、潤滑剤としてステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量％、ステアリン酸亜鉛（融点：116℃）0.15重量％を添加し、均一に攪拌した後、混合機から排出した（2次混合工程）。得られた粉末混合物を発明例18～22とする。

10 比較のために、平均粒径78 μ mの粉末冶金用鉄粉、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛、および平均粒径25 μ m以下の銅粉を使用し、上記表面処理・固着工程C1を経ないで、上記同様の処理を行い、粉末混合物を得た（比較例3）。

次に、得られた各粉末混合物で、実施例1と同様にして流動性を調べた。実験結果を表3に示す。

表3の比較例3と発明例18～22の比較で明らかなように、表面処理剤による処理を施した粉末混合粉の流動性が、比較例3に比べ格段に良くなっている。

〔実施例4〕

20 オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系又はフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイル又は鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解し、表面処理剤の溶液を製造した。この溶液を、平均粒径約80 μ mの粉末冶金用合金鋼粉（Fe-2wt%Cr-0.7wt%Mn-0.3wt%Moで表わされる組成の完全合金化鋼粉）、あるいは平均粒径23
25 μ m以下の天然黒鉛に適量噴霧した。

得られた各粉末を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000

rpm の条件下、1 分間混合した。その後、溶媒を真空乾燥機内で除去し、さらに前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約100 °Cで1 時間加熱した。以上の処理を表面処理工程 A 2 とする。

- 5 表面処理工程 A 2 で使用した表面処理剤の種類および添加量を表 4 に示す。表 4 中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

それぞれに表面処理工程 A 2 を経た、あるいは表面処理工程 A 2 を経ない平均粒径約80 μm の粉末冶金用合金鋼粉と平均粒径23 μm 以下の天然黒鉛とを混合し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点：100 °C）0.1 重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146 ~147 °C）0.2 重量%、ステアリン酸リチウム（融点：230 °C）0.1 重量%を添加し、攪拌した（1 次混合工程）。そして、攪拌しながら160 °Cで加熱（溶融工程）し、さらに85°C以下にまで冷却した（固着工程）。

- 15 得られた各粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230 °C）0.4 重量%を添加し、均一に攪拌した後、混合機から排出した（2 次混合工程）。得られた粉末混合物を発明例23~27とする。

比較のために、表面処理工程 A 2 を施さない平均粒径約80 μm の粉末冶金用合金鋼粉（Fe-2.0wt%Cr - 0.7wt%Mn - 0.3wt%で表わされる完全合金化鋼粉）、平均粒径23 μm 以下の天然黒鉛を用いて、上記と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例 4）。

次に、得られた各粉末混合物の 100 g を、20~140 °Cの所定の温度に加熱した後、排出孔径 5 mm Φ のオリフィスから排出し、実施例 1 と同様に流動性を調べた。実験結果を表 4 に示す。

- 25 表 4 の比較例 4 と発明例23~27との比較で明らかなように、本発明に係る表面処理工程を施した粉末混合粉の流動性は、比較例 4 のものより

格段に良くなっている。

〔実施例5〕

平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用の $\text{Fe-1.5wt\%Cu-4.0wt\%Ni-0.5wt\%Mo}$ で表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、それぞれオルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイル、鉍物油等で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した（表面処理工程B2）。

表面処理剤が被覆された各粉末を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が 1000rpm の条件下、1分間混合した（1次混合工程）。その後、得られた混合物に、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点： 100°C ）0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点： $146\sim 147^\circ\text{C}$ ）0.2重量%を添加し、攪拌しながら 160°C で加熱した（溶融工程）後、 85°C 以下に冷却した（固着工程）。

表面処理工程B2で使用した表面処理剤の種類および添加量を表5に示す。表5中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

上記工程で得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のヒドロキシステアリン酸リチウム（融点： 216°C ）0.4重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例28～31とする。

比較のために、平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用の $\text{Fe-4.0wt\%Ni-1.5wt\%Cu-0.5wt\%Mo}$ で表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、表面処理工程B2を経ないで、上記と同様の処理を行い、粉末混合物を得た（比較例5）。

次に、得られた粉末混合物の流動性を、実施例1と同様に調べた。実

験結果を表5に示す。

表5の比較例5と発明例28～31との比較で明らかなように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合粉の流動性は、比較例5に比べ格段に良くなっている。

5 〔実施例6〕

平均粒径約80 μ mの粉末冶金用Fe-2.0wt%Cuで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛を混合（1次混合工程）し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量%を
10 添加し、攪拌しながら160℃で加熱（溶融工程）した。その後、混合物を約110℃にまで冷却した。得られた粉末混合物に、さらにオルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイル、鉱物油等で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した。各種表面処理剤が被覆された各粉末混合物を、そ
15 れぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、85℃以下に冷却した（表面処理・固着工程C2）。

表面処理・固着工程C2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表6に示す。表6中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

20 得られた各粉末混合物に対し、潤滑剤のヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）0.4重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例32～34とする。

次に、該粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。実験結果
25 を表6に示す。

表6の比較例5と発明例32～34の比較で明らかなように、本発明に係

る表面処理・固着工程を施した混合粉の流動性は、比較例5のものと比べ格段に良くなっている。

〔実施例7〕

オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイル又は鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解して製造した表面処理剤の溶液を、平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用Fe-4.0wt%Ni-1.5wt%Cu-0.5wt%Moで表わされる部分拡散合金化鋼粉、又は平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛に適量噴霧した。得られた各粉末を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した。その後、溶媒を真空乾燥機内で除去し、さらに前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約 100°C で1時間加熱した（表面処理工程A2）。該表面処理工程A2で使用した表面処理剤の種類および添加量を表7および表8に示す。表7および表8中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

それぞれに表面処理工程A2を施した、あるいは表面処理工程A2を施さない平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用合金鋼粉と、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点： 100°C ）0.1重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点： $146\sim 147^\circ\text{C}$ ）0.2重量%と、さらに加えて、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のいずれかを0.1重量%添加し、混合しながら（1次混合工程）、 160°C で加熱し（溶融工程）、さらに混合しながら 85°C 以下に冷却し、粉末混合物を得た（固着工程）。

添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物）の種類および添加量を表7および表8に示す。表7および表8中の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りであ

る。

また、比較のために、上記表面処理工程 A 2 を経ない平均粒径約 80 μm の粉末冶金用 Fe-4.0wt%Ni-1.5wt%Cu-0.5wt%Mo で表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径 23 μm 以下の天然黒鉛を混合し、上記潤滑剤を添加せずに、上記と同様の処理を行い、粉末混合物を得た。

次に、上記で得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230 $^{\circ}\text{C}$ ）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216 $^{\circ}\text{C}$ ）及びラウリン酸カルシウム（融点：170 $^{\circ}\text{C}$ ）のうちの少なくとも 1 種を、合計量で 0.2 重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2 次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例 35～39、比較例 6 とする。

次に、得られた粉末混合物で、実施例 1 と同様に流動性を調べた。

さらに、流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を金型に充填し、150 $^{\circ}\text{C}$ に加熱しつつ、7 ton/cm² の成形圧力で 11 mm Φ のタブレットに成形した。そして、金型からの成形体の抜出力と圧粉体密度（以下、表中においては、圧粉密度と記す）が測定された。実験結果を表 7 及び表 8 に示す。

表 7 及び 8 の比較例 6 と発明例 35～39 との比較で明らかなように、本発明に係る表面処理を施した混合粉の各温度での流動性は、比較例に比べ格段に良くなっている。また、充填剤に熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー又は層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、且つ本発明に係る表面処理剤による処理を施した粉末混合物は、成形体にした際、その圧粉密度が向上し、かつ抜出力が低減している。つまり、成形性が改善されたのである。

25 [実施例 8]

平均粒径約 80 μm の粉末冶金用 Fe-4.0wt%Ni-1.5wt%Cu-0.5wt%Mo で

表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイル又は鉱物油で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した（表面処理工程B2）。

- 5 得られた各種粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、ステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量％、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量％と、さらに加えて、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のいずれかを0.1重量％添加し、攪拌した（1次混合工程）。その後、攪拌しながら160℃で加熱し（熔融工程）、さらに混合しながら85℃以下に冷却した（固着工程）。

- 15 表面処理工程B2で使用した表面処理剤、及び1次混合工程で使用した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を持つ化合物）の種類および添加量を表9に示す。表9中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りであり、また、潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

- 20 次に、得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）、及びラウリン酸カルシウム（融点：170℃）のうち少なくとも1種を合計量で0.2重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例40～43とする。

- 25 そして、これら粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、実施例7と同様に、上記の混合機から排出した粉末混合物を用いて成形体を製造した。成形体の抜出力と圧粉密度も同様に測定された。実験結果を表9に示す。

表 9 の比較例 6 と発明例 40～43 との比較で明らかなように、本発明に係る表面処理剤による処理を施した粉末混合粉の各温度での流動性は、比較例 6 のものより格段に良くなっている。また、潤滑剤として熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、且つ本発明に係る表面処理を施した場合、成形体の圧粉密度が向上し、かつ抜出力が低減している。

〔実施例 9〕

平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の粉末冶金用 Fe-4.0wt% Ni-1.5wt% Cu-0.5wt% Mo で表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径 $23\mu\text{m}$ 以下の天然黒鉛を混合し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点： 100°C ）0.2 重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点： $146\sim 147^\circ\text{C}$ ）0.2 重量%、さらに加えて、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のいずれかを 0.1 重量% 添加し、混合しながら 160°C で加熱した（1 次混合工程、溶融工程）。その後、約 110°C までに冷却した。

得られた粉末混合物に、さらにオルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコーンオイル又は鉱物油で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した。得られた各粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が 1000rpm の条件下、1 分間混合した後、 85°C 以下に冷却した（表面処理・固着工程 C 2）。

表面処理・固着工程 C 2 で使用した表面処理剤、及び 1 次混合工程で使用した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を持つ化合物）の種類及び添加量を、表 10、表 11 に示す。表 10 及び表 11 中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表 16 に示す通りであり、また、潤滑剤の欄に記載した記号は、表 17 に示す通りである。

次に、得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）0.4重量％を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例44～48とする。そして、これら粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を複数の金型に充填し、それぞれを130、150、170、190及び210℃の各温度で加熱しつつ、7ton/cm²の成形圧力で11mmΦのタブレットに成形した。その際、成形体の抜出力と圧粉密度も測定された。実験結果を表10及び表11に示す。

- 10 表10、11の比較例6と発明例44～48の比較で明らかなように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物は、各温度での流動性が比較例6に比べ、格段に良くなっている。また、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー又は層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、且つ本発明に係る表面処理を施したものは、発明例44の130～210℃という広い成形温度
- 15 範囲で、成形体の圧粉密度が向上し、且つ抜出力も低減していた。さらに、成形温度が130～210℃のものに比べ、70℃、90℃で得た成形体は、やや圧粉密度が小さい。加えて、220℃、240℃で得た成形体は、抜出力が大きく、成形性が劣っていた。

〔実施例10〕

- 20 オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤をエタノール中に、シリコンオイル又は鉱物油をキシレン中にそれぞれ溶解して製造した表面処理剤の溶液を、平均粒径約80μmの粉末冶金用Fe-4.0wt% Ni-1.5wt% Cu - 0.5wt% Moで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、又は平均粒径23μm以下の天然黒鉛
- 25 に適量噴霧した。得られた各粉末を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、溶媒を真空乾燥機にて

除去し、前記シラン、シラザンまたはカップリング剤を噴霧したものは、約100℃で1時間加熱した（表面処理工程A2）。該表面処理工程A2で使用した表面処理剤の種類および添加量を表12に示す。表12中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

- 5 それぞれに表面処理工程A2を経た、あるいはA2を経ない平均粒径約80 μ mの前記粉末冶金用部分合金鋼粉と、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛とを混合し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.1重量%、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量%、さらに、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の
- 10 結晶構造を持つ化合物のいずれかを0.1重量%添加し、混合した（1次混合工程）。引き続き攪拌しながら160℃で加熱し（溶融工程）、さらに混合しながら85℃以下に冷却した（固着工程）。

- 添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を持つ化合物）の種類および添加量を表12に示す。表12中の潤滑剤
- 15 の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

- 次に、得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）及び라우リン酸カルシウム（融点170℃）のうち少なくとも1種を、合計量で0.2重量%を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2
- 20 次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例49～52とする。そして、該粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。また、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を金型に充填し、150℃に加熱しつつ、7ton/cm²の成形圧力で11mm Φ のタブレットに成形した。その際、成形体の抜出力と圧粉密度が測定された。実験結果を表12に示す。
- 25

表12の比較例6と発明例49～52との比較で明らかなように、本発明

に係る表面処理を施した粉末混合物の各温度での流動性は、比較例6のものに比べ格段に良くなっている。また、潤滑剤の熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー又は層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、且つ本発明に係る表面処理を施したものの成形体は、圧粉密度が向上し、且つ抜

5 出力も低減していた。

〔実施例11〕

平均粒径約80 μ mの粉末冶金用Fe-4.0wt% Ni-1.5wt%Cu - 0.5wt%Moで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛を混合し、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート

10 系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイル又は鉱物油で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した（表面処理工程B2）。

得られた各粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、潤滑剤のステアリン酸カルシウム（融点：148～155℃）を0.1重量%、ステアリン酸リチウム（融点

15 : 230℃）を0.3重量%添加し、混合した（1次混合工程）。その後、攪拌を続けながら160℃で加熱した（溶融工程）。そして、さらに混合しながら85℃以下に冷却した（固着工程）。

表面処理工程B2で添加した表面処理剤の種類および添加量を表13に示す。表13中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

20

次に、得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点230℃）0.1重量%、さらに加えて、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のいずれか少なくとも1種である潤滑剤を、合計量で0.2重量%添加し、均一に攪拌混合後、混合機

25 から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を、発明例53～56という。また、添加した潤滑剤の種類および添加量を表13に示す。表13

中の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

これらの各粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、実施例10と同じ条件で、上記の混合機から排出した粉末混合物の成形体を製造した。成形体の抜出力、

5 圧粉密度及び粉末混合物の流動性を表13に示す。

表13の比較例6と発明例53～56の比較で明らかのように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物の各温度での流動性は、比較例6のものに比べ格段に良くなっている。また、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマーまたは層状の結晶構造を持つ化合物を添加し、且つ本発明に係る

10 表面処理を施した混合物による成型体は、圧粉密度が向上し、且つ抜出力が低減していた。

〔実施例12〕

平均粒径約80 μ mの粉末冶金用Fe-4.0wt%Ni-1.5wt%Cu-0.5wt%Moで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛

15 を混合し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量％、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量％を添加し、混合した（1次混合工程）。引き続き、攪拌を続けながら160℃で加熱した後（溶融工程）、約110℃に冷却した。そこで、さらに、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイル又は鉱物油で製造した

20 表面処理剤の溶液を適量噴霧した。そして、表面処理剤が被覆された各粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、85℃以下に冷却した（表面処理・固着工程C2）。

25 該表面処理・固着工程C2で使用した表面処理剤の種類及び添加量を表14に示す。表14中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通

りである。

次に、得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230℃）0.1重量％、さらに加えて、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のいずれか少なくとも1種である潤滑剤を、合計量で0.2重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例57～59とする。添加した潤滑剤の種類及びお添加量を表14に示す。表14中の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

また、該粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物で、実施例1と同様の条件で成形体を製造し、成形体の抜出力と圧粉密度を測定した。実験結果を表14に示す。

表14の比較例6と発明例57～59の比較で明らかなように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物の各温度での流動性は、比較例6に比べ格段に良くなっている。また、本発明に係る表面処理を施した混合物で製造した成形体は、圧粉密度が向上し、且つ抜出力も低減していた。

〔実施例13〕

平均粒径約80 μ mの粉末冶金用Fe-4.0wt%Ni-1.5wt%Cu-0.5wtMoで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉、平均粒径23 μ m以下の天然黒鉛を混合し、潤滑剤のステアリン酸モノアミド（融点：100℃）0.2重量％、エチレンビスステアリン酸アミド（融点：146～147℃）0.2重量％を添加し、混合した（1次混合工程）。その後、攪拌を続けながら、160℃で加熱し（熔融工程）、約110℃まで冷却した。そこで、該粉末混合物に、さらに、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系あるいはフッ素系カップリング剤、シリコンオイル又は鉱物油で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した。そして、表面処理剤

が被覆された各粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、85℃以下に冷却した（表面処理・固着工程C2）。

表面処理・固着工程C2で使用した表面処理剤の種類及び添加量を表15に示す。表15中の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

次に、得られた粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230℃）0.1重量％、さらに加えて、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のいずれか少なくとも1種の潤滑剤を、合計量で0.2重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例60～63とする。添加した潤滑剤の種類及び添加量を表15に示す。表15中の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

これらの粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べ、さらに、上記の混合機から排出した粉末混合物で、実施例12と同じ条件で成形体を製造した。その際、成形体の抜出力と圧粉体密度も測定した。実験結果を表15に示す。

表15の比較例6と発明例60～63の比較で明らかなように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物の各温度での流動性は、比較例6に比べ格段に良くなっている。また、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物の成型体は、圧粉密度が向上し、且つ抜出力も低減していた。

[実施例14]

鉄基粉末を表18～表21に示す合金鋼粉とした以外は、実施例4と同様に、表面処理工程A2で、合金鋼粉に表面処理を施した。該表面処理工程A2で使用した表面処理剤の種類及び添加量を、表18～21に示す。表18～21の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

表面処理工程 A 2 を経た前記合金鋼粉と、天然黒鉛とを混合し、潤滑剤のステアリン酸カルシウム（融点：148 ～155 ℃）0.15重量％と、平均粒径約10～20 μ m の熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を有する化合物のうちの1種を0.2 重量％添加し、混合した
5 （1次混合工程）。引き続き、攪拌しながら160 ℃で加熱（溶融工程）し、さらに、攪拌しながら85℃以下に冷却した（固着工程）。

添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する化合物）の種類及び添加量を、表18～21に示す。表18～21の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

10 次に、得られた各粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230 ℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216 ℃）のうちの1種又は2種を、合計で0.4 重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を、発明例64～67とする。

15 なお、比較のために、上記表面処理工程 A 2 を経ない以外は、発明例64～67と同様にして、粉末混合物を得た（比較例7、9、11、13）。また、上記表面処理工程 A 2 を経ない合金鋼粉と天然黒鉛を、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例64～67と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例8、10、12、14）。

20 これらの粉末混合物で、実施例1と同様に、その流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、混合機から排出した粉末混合物を複数の金型に充填し、150、180、210 ℃の温度にそれぞれ加熱しつつ、7 ton/cm² の成形圧力で11mmΦのタブレットに成形した。その際、成形体の抜出力と圧粉密度も測定した。実験結果を表18～21に示す。

25 比較例7、9、11、13と発明例64、65、66、67とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る表面処理を施した場合、粉末混合物の

各温度での流動性は、上記の各比較例に比べ格段に良くなっている。また、比較例8、10、12、14と、発明例64、65、66、67とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る鉄基粉末の表面処理効果及び潤滑剤の効果によって、本発明に係る粉末混合物は、150～210℃の温度範囲で流動性の改善及び良好な成形性を示した。発明例64の混合物は、前記温度範囲の時に比較して、成形温度が110℃、130℃では、成形体の圧粉密度が小さく、また成形温度が240℃、260℃では、抜出力が大きいので、成形性が劣っていた。しかし、該本発明例64の成形体は、成形温度110℃、130℃での圧粉密度と抜出力が比較例7よりやや良好であった。また、発明例64の成形温度240℃、260℃での圧粉密度は、比較例8に比べてやや良く、抜出力はかなり良かった。

[実施例1.5]

平均粒径約80 μ mの表22～表25に示す合金鋼粉と平均粒径23 μ mの天然黒鉛とを混合し、得られた混合物に、各種オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤、シリコンオイル、又は鉱物油のうちの1種で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧した（表面処理工程B3）。

該表面処理工程B3で使用した表面処理剤の種類及び添加量を、表22～25に示す。表22～25の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

上記した各種表面処理剤が被覆された各粉末混合物を、それぞれ高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合した後、潤滑剤のステアリン酸カルシウム（融点：148～155℃）0.15重量%と、平均粒径約10 μ mの熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を持つ化合物のうちの1種とを0.2重量%添加し、混合した（1次混合工程）。そして、攪拌を続けながら160℃で加熱し（溶融工程）、

さらに混合しながら85℃以下に冷却した（固着工程）。

添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する化合物）の種類および添加量を、表22～25に示す。表22～25の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

- 5 次に、得られた各粉末混合物に対し、潤滑剤のステアリン酸リチウム（融点：230℃）、ヒドロキシステアリン酸リチウム（融点：216℃）及び라우リン酸カルシウム（融点：170℃）のうちの少なくとも1種、合計で0.4重量％を添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を、発明例68～71とする。
- 10 なお、比較のために、上記表面処理工程B3を施さない以外は、上記発明例68～71と同様にして粉末混合物を得た（比較例15、17、19、21）。また、上記表面処理工程B3を施さない合金鋼粉と平均粒径約23 μ mの天然黒鉛とを、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例68～71と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例16、18、20、22）。
- 15 これらの粉末混合物で、実施例1と同様に流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を金型に充填し、180℃に加熱しつつ、7ton/cm²の成形圧力で11mm Φ のタブレットに成形した。その際、成型体の抜出力と圧粉密度も測定した。実験結果を表22～25に示す。
- 20 比較例15、17、19、21と発明例68、69、70、71とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る表面処理を施した場合、粉末混合物の各温度での流動性は、上記比較例に比べ格段に改良されている。また、比較例16、18、20、22と発明例68、69、70、71とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る鉄基粉末の表面処理効果及び潤滑剤の効
- 25 果によって、粉末混合物の流動性の改善および良好な成形性が実現された。

〔実施例 16〕

平均粒径約 $80\mu\text{m}$ の表26～表29に示す合金鋼粉と平均粒径 $23\mu\text{m}$ の天然黒鉛とを混合し、得られた混合物に、ステアリン酸カルシウム（融点： $148\sim 155\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）0.20重量％と、平均粒径約 $10\mu\text{m}$ の熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー及び層状の結晶構造を持つ化合物のうちからの少なくとも1種で、合計0.2重量％の潤滑剤を添加し、混合した（1次混合工程）。その後、攪拌を続けながら $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ で加熱した（溶融工程）。引き続き、混合を続けながら $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ にまでに冷却し、各種オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤、シリコンオイル又は鉱物油のうちの1種で製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧し、高速ミキサーで攪拌翼の回転数が1000rpmの条件下、1分間混合する表面処理工程C3を施した。

添加した潤滑剤（熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する化合物）の種類および添加量を、表26～表29に示す。表26～表29の潤滑剤の欄に記載した記号は、表17に示す通りである。

次に、 $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下に冷却（固着工程）し、充填剤のステアリン酸リチウム（融点： $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）、ヒドロキシステアリン酸リチウム、ラウリン酸カルシウム（融点： $17\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）のうちの少なくとも1種を、合金鋼粉に対して合計0.3重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例72～75とする。

表面処理工程C3で添加した表面処理剤の種類及び添加量を、表26～表29に示す。表26～表29の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

なお、比較のために、上記表面処理工程C3を施さない以外は、上記発明例72～75と同様にして、粉末混合物を得た（比較例23、25、27、29）。また、上記表面処理工程C3を施さない合金鋼粉と平均粒径約 $23\mu\text{m}$

μm の天然黒鉛とを、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例72～75と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例24、26、28、30）。

これらの粉末混合物の100gを20～170℃の温度に加熱した後、排出孔径5mm Φ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、該
5 混合物の流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を金型に充填し、180℃に加熱しつつ、7ton/cm²の成形圧力で11mm Φ のタブレットに成形した。その際、成形体の抜出力と圧粉体密度も測定した。実験結果を表26～29に示す。

比較例23、25、27、29と発明例72、73、74、75とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物の各温度
10 での流動性は、上記比較例に比べ格段に良くなっている。また、比較例24、26、28、30と発明例72、73、74、75とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る鉄基粉末の表面処理効果及び潤滑剤の効果によって、本発明に係る粉末混合物の流動性の改善及び良好な成形性が実現
15 している。

〔実施例17〕

平均粒径約80 μm の粉末冶金用Fe-4.0wt%Ni-1.5wt%Cu-0.5wt%で表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉と平均粒径23 μm の天然黒鉛とを混合し、得られた混合物に、潤滑剤のステアリン酸（融点：70.1℃）を0.15
20 重量%、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）0.15重量%及びメラミンシアヌル酸付加化合物0.15重量%を添加し、混合しながら160℃に加熱した（1次混合工程及び溶融工程）。

次に、混合しながら110℃に冷却し、各種オルガノアルコキシシランで製造した表面処理剤の溶液を適量噴霧し、高速ミキサーで攪拌翼の回
25 転数が1000rpmの条件下、1分間混合する表面処理工程C3を施した。該表面処理工程C3で使用した表面処理剤の種類および添加量を表30、

表31に示す。表30、表31の表面処理剤の欄に記載した記号は、表16に示す通りである。

引き続き、得られた粉末混合物の各々について、混合しながら85℃以下に冷却（固着工程）し、ステアリン酸リチウム（融点：230℃）及び
5 ラウリン酸カルシウム（融点：170℃）のうちの少なくとも1種の潤滑剤を合金鋼粉に対して合計0.3重量％添加し、均一に攪拌混合後、混合機から排出した（2次混合工程）。これらの粉末混合物を発明例76、77とする。

なお、比較のために、上記表面処理工程C3を施さない以外は、上記
10 発明例76、77と同様にして粉末混合物を得た（比較例31、33）。また、上記表面処理工程C3を施さない合金鋼粉と平均粒径約23 μ mの天然黒鉛とを、潤滑剤を全く添加せずに混合し、発明例76、77と同様に処理し、粉末混合物を得た（比較例32、34）。

これらの各粉末混合物 100gを、20～150℃の所定の温度に加熱した
15 後、排出孔径5mm Φ のオリフィスから排出し、排出終了までの時間を測定し、その流動性を調べた。さらに、上記の流動性の調査と並行して、上記の混合機から排出した粉末混合物を金型に充填し、150℃に加熱しつつ、7ton/cm²の成形圧力で11mm Φ のタブレットに成形した。その際、成形体の抜出力と圧粉密度も測定した。実験結果を表30、31に示
20 す。

比較例31、33と発明例76、77とのそれぞれの比較から明らかなように、本発明に係る表面処理を施した粉末混合物の各温度での流動性は、上記比較例に比べ格段に改良されている。また、比較例32、34と発明例
76、77とのそれぞれの比較から明らかなように、各種潤滑剤を添加せず
25 に表面処理剤による処理を施した鉄粉を用いた混合粉は、流動性が劣化するばかりか、圧粉密度が低下し、抜出力も増大している。一方、本発

明に係る粉末混合物は、鉄基粉末の表面処理効果及び潤滑剤の添加効果によって、流動性の改善及び良好な成形性が実現されている。

表 1

	鉄粉 (g)	表面処理剤 * (鉄粉に対しwt%)	銅粉 (g)	表面処理剤 * (銅粉に対しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 * (黒鉛粉に対しwt%)	流動性 (sec/100g)
発明例 1	1000	a (0.02)	40	—	8	—	12.8
発明例 2	1000	b (0.02)	40	—	8	—	12.9
発明例 3	1000	c (0.02)	40	—	8	—	13.6
発明例 4	1000	d (0.02)	40	—	8	—	13.3
発明例 5	1000	—	40	e (0.5)	8	—	14.5
発明例 6	1000	f (0.02)	40	a (0.5)	8	—	12.4
発明例 7	1000	j (0.01)	40	—	8	—	14.3
発明例 8	1000	—	40	—	8	c (0.4)	14.2
発明例 9	1000	e (0.02)	40	—	8	c (0.4)	13.5
発明例 10	1000	f (0.02)	40	a (0.5)	8	d (0.4)	12.7
発明例 11	1000	f (0.02)	40	ℓ (0.5)	8	—	14.1
比較例 1	1000	—	40	—	8	—	15.1

備考) *: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 2

	鉄粉 (g)	銅粉 (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 * (鉄粉に対しwt%)	流動性 (sec/100g)
発明例12	1000	20	6	c (0.04)	12.7
発明例13	1000	20	6	e (0.02)	12.6
発明例14	1000	20	6	g (0.03)	13.5
発明例15	1000	20	6	h (0.02)	13.7
発明例16	1000	20	6	j (0.01)	14.0
発明例17	1000	20	6	k (0.01)	14.2
比較例 2	1000	20	6	—	14.7

備考) * : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 3

	鉄粉 (g)	銅粉 (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 * (鉄粉に対しwt%)	流動性 (sec/100g)
発明例18	1000	20	8	c (0.03)	13.3
発明例19	1000	20	8	e (0.02)	13.4
発明例20	1000	20	8	f (0.02)	13.1
発明例21	1000	20	8	i (0.02)	13.5
発明例22	1000	20	8	k (0.01)	13.3
比較例 3	1000	20	8	—	14.5

備考) * : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 4

	完全合金 化鋼粉 *	表面処理剤 ** (鋼粉に 対しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)
発明例23	1000	a (0.02)	5	—	20	11.7
					50	11.7
					80	11.8
					100	11.9
					120	12.0
					140	12.1
発明例24	1000	c (0.02)	5	d (0.5)	20	11.6
					50	11.5
					80	11.6
					100	11.8
					120	11.9
					140	12.0
発明例25	1000	h (0.02)	5	—	20	11.8
					50	11.8
					80	11.9
					100	12.0
					120	12.1
					140	12.2
発明例26	1000	m (0.01)	5	f (0.5)	20	11.1
					50	11.3
					80	11.2
					100	11.8
					120	12.9
					140	12.1
発明例27	1000	—	5	g (0.5)	20	11.5
					50	11.6
					80	11.8
					100	11.9
					120	12.0
					140	12.7
比較例 4	1000	—	5	—	20	12.5
					50	12.5
					80	12.8
					100	12.9
					120	13.1
					140	13.5

備考) * : Cr-Mn-Mo系完全合金化鋼粉

** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表5

	部分合金 化鋼粉* (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)
発明例28	1000	6	c (0.03)	20	11.2
				50	11.3
				80	11.3
				100	11.5
				120	11.6
				140	11.7
発明例29	1000	6	f (0.03)	20	11.0
				50	11.0
				80	11.2
				100	11.3
				120	11.5
				140	11.5
発明例30	1000	6	h (0.04)	20	11.5
				50	11.7
				80	11.7
				100	11.8
				120	11.9
				140	12.0
発明例31	1000	6	j (0.01)	20	11.8
				50	11.8
				80	12.0
				100	12.2
				120	12.1
				140	12.5
比較例5	1000	6	—	20	12.7
				50	12.8
				80	12.8
				100	13.0
				120	13.2
				140	14.5

備考) *: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

**: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 6

	部分合金 化鋼粉* (g)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)
発明例32	1000	6	l (0.03)	20	11.5
				50	11.5
				80	11.6
				100	11.7
				120	11.8
				140	12.0
発明例33	1000	6	g (0.04)	20	11.4
				50	11.5
				80	11.5
				100	11.7
				120	11.8
				140	12.3
発明例34	1000	6	j (0.01)	20	11.8
				50	11.9
				80	12.0
				100	12.1
				120	12.5
				140	13.1

備考) * : Cu系部分拡散合金化鋼粉

** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 7

	部分合金 化銅粉*	表面処理剤 ** (銅粉に対 しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性巧み、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
								圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例35	1000	f (0.02)	6	—	i (0.1)	20	11.8	7.30	29.0
						50	11.9		
						80	11.9		
						100	12.1		
						120	12.3		
						140	12.5		
発明例36	1000	h (0.02)	6	f (0.5)	iv (0.1)	20	11.7	7.33	28.7
						50	11.7		
						80	11.8		
						100	11.9		
						120	12.0		
						140	12.7		
発明例37	1000	g (0.02)	6	—	vii (0.1)	20	11.8	7.31	26.7
						50	11.8		
						80	11.9		
						100	12.1		
						120	12.5		
						140	13.0		

備考)

*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 8

	部分合金 化銅粉 *	表面処理剤 ** (銅粉に対 しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性ポリマー、腐蝕の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 150℃、7ton/cm ²	
								圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例38	1000	c (0.02)	6	—	xiii (0.1)	20	11.9	7.32	31.2
						50	11.9		
						80	12.0		
						100	12.1		
						120	12.3		
						140	12.5		
発明例39	1000	i (0.02)	6	—	ix (0.1)	20	11.8	7.33	33.5
						50	11.7		
						80	11.9		
						100	12.0		
						120	12.2		
						140	12.3		
比較例 6	1000	—	6	—	—	20	12.7	7.28	40.2
						50	12.7		
						80	12.8		
						100	12.9		
						120	13.5		
						140	14.8		

備考)

*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

**: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

***: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 9

	部分合金 化鋼粉 *	黒鉛 (g)	表面处理剂 *	潤滑剂: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性エラストマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
							圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (NPa)
発明例40	1000	6	a (0.02)	ii (0.1)	20	11.7	7.31	22.5
					50	11.7		
					80	11.8		
					100	11.9		
					120	12.0		
					140	12.5		
発明例41	1000	6	d (0.03)	v (0.1)	20	11.8	7.31	24.0
					50	11.8		
					80	11.9		
					100	12.0		
					120	12.2		
					140	12.7		
発明例42	1000	6	h (0.02)	viii (0.1)	20	12.1	7.30	26.3
					50	12.0		
					80	12.1		
					100	12.3		
					120	12.5		
					140	12.8		
発明例43	1000	6	g (0.04)	xii (0.1)	20	11.9	7.34	33.8
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.1		
					120	12.5		
					140	12.9		

備考)

*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

**: 表16の表面处理剂 (表中の記号は表16の記号に対応する)

***: 表17の潤滑剂 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 10

	部分合金 化鋼粉 *	黒鉛 (g)	表面处理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤 : 熱可塑性樹脂、熱可塑性 脂肪族化合物の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm ²		
							成形温度 (℃)	圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例 44	1000	6	c (0.02)	iii (0.1)			70	7.23	24.3
							90	7.25	25.7
					20	11.8	130	7.31	26.3
					50	11.9	150	7.32	26.0
					80	11.9	170	7.32	25.5
					100	12.0	190	7.34	25.1
					120	12.1	210	7.34	25.9
					140	12.7	220	7.34	40.1
							240	7.34	43.5
					20	12.0	130	7.30	25.5
発明例 45	1000	6	m (0.01)	v (0.1)	50	12.1	150	7.33	24.1
					80	12.1	170	7.33	23.6
					100	12.3	190	7.34	23.0
					120	12.5	210	7.34	24.7
					140	13.1			
					20	12.1			
発明例 46	1000	6	e (0.02)	viii (0.1)	50	12.1			
					80	12.2	130	7.28	28.5
					100	12.5	150	7.30	27.0
					120	12.7	170	7.31	26.6
					140	13.3	190	7.30	26.8
							210	7.31	27.3

備考) * : Fe-4.0 % Ni-1.5 % Cu-0.5 % Moで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉

** : 表16の表面处理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

*** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表11

	部分合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤:*** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性プラスチック、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、710N/cm ²	
							圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例47	1000	6	g (0.02)	i (0.05) xiii (0.05)	20	12.0	7.31	23.5
					50	11.9		
					80	12.0		
					100	12.1		
					120	12.3		
					140	12.7		
発明例48	1000	6	f (0.02)	iii (0.1)	20	12.1	7.32	25.1
					50	12.1		
					80	12.1		
					100	12.4		
					120	12.8		
					140	13.5		

備考)

*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉

*: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

*: 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 12

	部分合金 化銅粉*	表面処理剤 ** (銅粉に対 しwt%)	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (黒鉛粉に 対しwt%)	潤滑剤: *** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性ポリマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
								圧粉密度 (kg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例49	1000	e (0.02)	6	—	iv (0.1)	20	11.7	7.32	35.3
						50	11.5		
						80	11.8		
						100	11.9		
						120	12.0		
発明例50	1000	k (0.02)	6	g (0.5)	v (0.1)	140	12.5	7.32	33.3
						20	11.4		
						50	11.5		
						80	11.5		
						100	11.7		
発明例51	1000	g (0.02)	6	—	x (0.1)	120	11.9	7.33	37.1
						140	12.3		
						20	11.5		
						50	11.5		
						80	11.6		
発明例52	1000	c (0.02)	6	—	xii (0.1)	100	11.7	7.34	35.1
						120	12.0		
						140	12.7		
						20	11.3		
						50	11.3		

備考) * : Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化銅粉
 ** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 *** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表13

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面处理剂** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剂:*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性巧ア-、層状の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
							圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例53	1000	6	c (0.03)	ii (0.1)	20	11.8	7.31	34.2
					50	11.8		
					80	11.9		
					100	12.0		
					120	12.2		
					140	12.9		
発明例54	1000	6	f (0.02)	iv (0.05) xiii (0.05)	20	11.9	7.30	33.1
					50	11.9		
					80	11.9		
					100	12.1		
					120	12.7		
					140	13.2		
発明例55	1000	6	h (0.03)	iv (0.1)	20	11.9	7.33	30.1
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.5		
					120	12.8		
					140	13.5		
発明例56	1000	6	j (0.01)	xiv (0.1)	20	12.1	7.32	29.5
					50	12.5		
					80	12.5		
					100	12.7		
					120	12.9		
					140	13.9		

備考)

*: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

**: 表16の表面处理剂 (表中の記号は表16の記号に対応する)

***: 表17の潤滑剂 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表14

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑 性ポリマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
							圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例57	1000	6	b (0.02)	i (0.1)	20	11.9	7.32	28.7
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.2		
					120	12.5		
					140	13.0		
発明例58	1000	6	d (0.03)	v (0.1)	20	12.0	7.33	26.5
					50	12.0		
					80	12.0		
					100	12.2		
					120	12.7		
					140	13.5		
発明例59	1000	6	h (0.02)	vi (0.1)	20	11.8	7.31	20.1
					50	12.0		
					80	11.9		
					100	12.4		
					120	12.7		
					140	13.0		

備考)

* : Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

*** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表15

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
						圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例60	1000	6	c (0.03)	20	11.5	7.33	31.0
				50	11.5		
				80	11.6		
				100	11.7		
				120	11.8		
				140	11.9		
発明例61	1000	6	f (0.04)	20	11.4	7.35	29.7
				50	11.5		
				80	11.6		
				100	11.6		
				120	11.9		
				140	12.7		
発明例62	1000	6	m (0.01)	20	11.8	7.34	32.3
				50	11.9		
				80	11.9		
				100	12.0		
				120	13.0		
				140	13.5		
発明例63	1000	6	j (0.01)	20	11.8	7.33	31.5
				50	11.8		
				80	11.7		
				100	11.9		
				120	12.5		
				140	12.8		

備考) *: Cu-Ni-Mo系部分拡散合金化鋼粉

**: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 16

総 称	記号	名 称
オルガノアルコキシシラン	a	γ -メタクリロキシプロビルトリメトキシシラン
	b	γ -グリシドキシプロビルトリメトキシシラン
	c	N- β (アミノエチル) γ -アミノプロビルトリメトキシシラン
	d	メチルトリメトキシシラン
	e	フェニルトリメトキシシラン
	f	ジフェニルジメトキシシラン
	g	1H, 1H, 2H, 2H-ヘニコサフルオロトリメトキシシラン
オルガノシラザン	h	ポリオルガノシラザン
チタネート系カップリング剤	i	イソプロビルトイソステアロイルチタネート
アルキルベンゼン	j	アルキルベンゼン
シリコーンオイル	k	ジメチルシリコーンオイル
	l	メチルフェニルシリコーンオイル
	m	フロロシリコーンオイル

表 17

総 称	記号	名 称
層状の結晶構造を有する無機化合物	i	黒鉛
	ii	フッ化炭素
	iii	MoS ₂
層状の結晶構造を有する有機化合物	iv	メラミン-シアヌル酸付加化合物
	v	N-アルキルアスパラギン酸-β-アルキルエステル
熱可塑性樹脂	vi	ポリスチレン粉末
	vii	ナイロン粉末
	viii	ポリエチレン粉末
	ix	フッ素樹脂粉末
熱可塑性 エラストマー	x	ポリスチレン-アクリルエラストマー
	xi	ポリオレフィン系熱可塑性エラストマー
	xii	SBS熱可塑性エラストマー *
	xiii	シリコン系熱可塑性エラストマー
	xiv	アミド系熱可塑性エラストマー

*) SBS : ポリスチレン-ポリブタジエン-ポリスチレン

表 18

	部分合金 化銅粉 *	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤 : 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性巧ア、腐状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 (ton/cm^2)		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (Mg/m^3)	抜出力 (MPa)
発明例 64	1000	5.0	f (0.02)	ix (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	20	11.5	110	7.33	20.7
						50	11.5	130	7.35	21.8
						80	11.6	150	7.39	22.5
						100	11.5	180	7.40	23.1
						130	11.6	210	7.41	24.7
比較例 7	1000	5.0	—	ix (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	150	11.8	240	7.41	32.2
						170	12.9	260	7.41	35.0
						20	12.0	110	7.32	23.0
						50	12.1	130	7.33	24.8
						80	12.2	150	7.38	25.6
比較例 8	1000	5.0	—	—	—	100	12.1	180	7.39	26.1
						130	12.3	210	7.40	28.3
						150	12.5			
						170	14.0			
						20	12.5	150	7.35	41.3
						50	12.6	180	7.36	43.0
						80	12.7	210	7.36	50.6
						100	12.6	240	7.39	51.0
						130	12.8	260	7.40	53.0
						150	13.0			
						170	14.5			

備考) * : Fe-4.0 % Ni-1.5 % Cu-0.5 % Mo で表わされる組成の部分拡散合金化銅粉
 ** : 表 16 の表面処理剤 (表中の記号は表 16 の記号に対応する)
 *** : 表 17 の潤滑剤 (表中の記号は表 17 の記号に対応する)

表 19

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面处理剂** (銅粉に対しwt%)	潤滑剂：*** 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性巧アミ、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剂 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 (7ton/cm ²)		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (kg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例65	1000	4.0	e (0.03)	iv (0.2)	ステアリン酸リチウ Δ (0.4)	20	10.8	150	7.14	21.2
						50	10.8			
						80	10.9	180	7.16	22.7
						100	10.8			
						130	10.9	210	7.17	23.4
比較例9	1000	4.0	—	iv (0.2)	ステアリン酸リチウ Δ (0.4)	150	11.1			
						170	12.2			
						20	11.7	150	7.13	25.4
						50	11.8			
						80	11.9	180	7.15	26.5
比較例10	1000	4.0	—	—	—	100	11.8			
						130	12.0	210	7.16	28.1
						150	12.2			
						170	13.7			
						20	12.5	150	7.10	39.1
比較例10	1000	4.0	—	—	—	50	12.6			
						80	12.7	180	7.11	42.1
						100	12.6			
						130	12.8	210	7.13	59.3
						150	13.0			
						170	14.5			

備考) * : Fe-3.0 % Cr-0.4 % Mo-0.3 % V で表わされる組成の完全合金化銅粉
 *** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 ** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表20

	完全合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤: 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性巧アミ、腐蝕の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 7ton/cm ²		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例66	1000	4.0	d (0.03)	iv (0.2)	ヒドロキシステアリン酸 リチウム (0.2) + ステアリン酸リチウ ム (0.2)	20	10.7	150	7.15	20.6
						50	10.7			
						80	10.8	180	7.16	21.5
						100	10.7			
						130	10.8			
比較例11	1000	4.0	—	iv (0.2)	ヒドロキシステアリン酸 リチウム (0.2) + ステアリン酸リチウ ム (0.2)	150	11.0	210	7.17	23.0
						170	12.1			
						20	11.5	150	7.14	25.4
						50	11.6			
						80	11.7	180	7.15	26.3
比較例12	1000	4.0	—	—	—	100	11.6			
						130	11.8	210	7.17	28.0
						150	12.0			
						170	13.5			
						20	12.4	150	7.09	40.9
比較例12	1000	4.0	—	—	—	50	12.5			
						80	12.6	180	7.10	45.0
						100	12.5			
						130	12.7	210	7.10	53.8
						150	12.9			
						170	14.6			

備考) **: Fe-6.5% Co-1.5% Ni-1.5% Mo-0.2% Cuで表わされる組成の完全合金化鋼粉
 *** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 *** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 2 1

	完全合金 化銅粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (銅粉に対しwt%)	潤滑剤: 熱可塑性樹脂、熱可塑性 性粉末、層状の結晶 構造を有する化合物 (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性		
								成形温度 (°C)	圧粉密度 (kg/cm ³)	抜出力 (MPa)
発明例67	1000	4.0	I (0.02)	ii (0.2)	ステアリン酸リチウ △ (0.4)	20	10.5	150	7.23	19.8
						50	10.4			
						80	10.5	180	7.24	22.4
						100	10.4			
						130	10.5	210	7.24	24.3
比較例13	1000	4.0	—	ii (0.2)	ステアリン酸リチウ △ (0.4)	150	10.7			
						170	11.8			
						20	11.7	150	7.20	22.7
						50	11.8			
						80	11.9	180	7.21	25.0
比較例14	1000	4.0	—			100	11.8			
						130	12.0	210	7.22	28.8
						150	12.2			
						170	13.7	150	7.16	34.5
						20	12.4			
						50	12.5	180	7.17	38.0
						80	12.6			
						100	12.5	210	7.18	45.2
						130	12.7			
						150	12.9			
						170	15.1			

備考) * : Fe-1.0 % Ni-0.4 % Cu-0.4 % Moで表わされる組成の完全合金化銅粉
 ** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 *** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 2 2

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤： 熱可塑性樹脂、熱可塑性 脂肪族化合物の結晶 性構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm ²	
								圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例68	1000	5.0	k (0.02)	xiii (0.2)	ステアリン酸リチウ △ (0.4)	20	11.5	7.37	19.5
						50	11.5		
						80	11.6		
						100	11.5		
						130	11.6		
						150	11.9		
比較例15	1000	5.0	—	xiii (0.2)	ステアリン酸リチウ △ (0.4)	170	13.1	7.35	22.1
						20	12.2		
						50	12.2		
						80	12.3		
						100	12.2		
						130	12.3		
比較例16	1000	5.0	—	—	—	150	12.6	7.27	39.5
						170	13.8		
						20	13.1		
						50	13.2		
						80	13.3		
						100	13.2		
						130	13.4		
						150	14.1		
						170	16.3		

備考)
 * : Fe-2.0 % Ni-1.0 % Moで表わされる組成の部分拡散合金化鋼粉
 ** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 *** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 2 3

	完全合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤: 熱可塑性樹脂、 熱可塑性樹脂状の結晶 性化合物、 熱可塑性樹脂状の結晶 性化合物 (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 180°C、7ton/cm ²	
								圧粉密度 (Mg/cm ³)	抜出力 (MPa)
発明例69	1000	4.0	g (0.03)	vii (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	20	10.9	7.15	19.7
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
比較例17	1000	4.0	—	vii (0.2)	ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.4)	150	11.3	7.13	22.6
						170	12.5		
						20	11.6		
						50	11.6		
						80	11.7		
比較例18	1000	4.0	—			100	11.6	7.04	38.4
						130	11.7		
						150	12.0		
						170	13.2		
						20	12.5		
						50	12.6		
						80	12.7		
						100	12.6		
						130	12.8		
						150	13.5		
						170	14.9		

備考)
 * : Fe-3.0%Cr-0.4%Mo-0.3%Vで表わされる組成の完全合金化鋼粉
 ** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 *** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 24

	完全合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤： 熱可塑性樹脂、熱可塑性 脂肪、熱可塑性 化合物の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性	
								圧粉密度 (Mg/m ³)	180℃、710N/cm ² 抜出力 (MPa)
発明例70	1000	4.0	e (0.04)	x (0.2)	ラウリン酸カルシウム (0.4)	20	10.4	7.14	18.9
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
比較例19	1000	4.0	—	x (0.2)	ラウリン酸カルシウム (0.4)	170	12.5	7.12	23.1
						20	11.1		
						50	11.1		
						80	11.2		
						100	11.1		
						130	11.2		
比較例20	1000	4.0	—	—	—	150	11.5	7.08	35.5
						170	12.7		
						20	12.3		
						50	12.4		
						80	12.5		
						100	12.4		
						130	12.6		
						150	13.3		
						170	14.5		

備考)

Fe-6.5%	Co-1.5%	Ni-1.5%	Mo-0.2%	Cu	で表わされる組成の完全合金鋼粉
*	*	*	*	*	
*	*	*	*	*	
*	*	*	*	*	
*	*	*	*	*	

表16の表面処理剤 (表16の記号は表17の記号に対応する)
表17の潤滑剤 (表17の記号は表16の記号に対応する)

表 25

発明例	完全金 化銅粉 *	黒鉛 (g)	表面処理剤 * * (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤： 油性樹脂、熱可塑性 ポリマー、層状の結晶 構造を有する化合物 (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (℃)	流動性 (sec/100g)	成形性 180℃、7ton/cm ²	
								圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例71	1000	4.0	f (0.03)	x (0.2)	ステアリン酸リチウム Δ (0.3) + ラウリン酸カルシウム Δ (0.1)	20	10.7	7.23	21.3
						50	10.8		
						80	10.9		
						100	10.9		
						130	11.0		
						150	11.3		
170	12.5								
比較例21	1000	4.0	—	x (0.2)	ステアリン酸リチウム Δ (0.3) + ラウリン酸カルシウム Δ (0.1)	20	11.5	7.21	25.4
						50	11.5		
						80	11.6		
						100	11.5		
						130	11.6		
						150	11.9		
170	13.1								
比較例22	1000	4.0	—	—	—	20	12.2	7.15	37.6
						50	12.3		
						80	12.4		
						100	12.3		
						130	12.5		
						150	13.2		
170	14.7								

(備考) * : Fe-1.0 % Ni-0.4 % Cu-0.4 % Moで表わされる組成の完全合金化銅粉
* : 表16の著面処理剤 (素中の記号は表16の記号に按ずる)
* : 表17の著面処理剤 (素中の記号は表17の記号に按ずる)
* : 表16の著面処理剤 (素中の記号は表16の記号に按ずる)
* : 表17の著面処理剤 (素中の記号は表17の記号に按ずる)

表 27

	完全合金 花鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤** (鋼粉に対しwt%)	潤滑剤：熱可塑性樹脂、 熱硬化性樹脂、 熱可塑性樹脂の混合物 (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性	
								180°C、 $\gamma_{\text{ton}}/\text{cm}^2$ 圧粉密度 (Mg/m^3)	抜出力 (NPa)
発明例73	1000	4.2	g (0.01)	v (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.1)	20	10.6	7.22	18.7
						50	10.6		
						80	10.7		
						100	10.9		
						130	11.0		
比較例25	1000	4.2	—	v (0.2)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ヒドロキシステアリ ン酸リチウム (0.1)	150	11.3	7.19	21.8
						170	12.5		
						20	11.5		
						50	11.4		
						80	11.5		
比較例26	1000	4.2	—	—	—	100	11.6	7.14	38.1
						130	11.7		
						150	12.0		
						170	13.2		
						20	12.1		
備考)	1000	4.2	—	—	—	50	12.2	7.14	38.1
						80	12.3		
						100	12.2		
						130	12.4		
						150	13.1		
						170	14.9		

* : Fe-2.0% Cu-0.7% Mn-0.3% Moで表わされる組成の完全合金化鋼粉
 ** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)
 *** : 表17の潤滑剤 (表中の記号は表17の記号に対応する)

表 30

	部分合金 化鋼粉*	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (鋼粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (鋼粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
							圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例76	1000	3.0	e (0.03)	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ラウリン酸カルシウ ム (0.1)	20	11.4	7.36	18.7
					50	11.4		
					80	11.5		
					100	11.4		
					130	11.5		
					150	11.7		
比較例31	1000	3.0	—	ステアリン酸リチウ ム (0.2) + ラウリン酸カルシウ ム (0.1)	20	12.2	7.33	22.5
					50	12.3		
					80	12.4		
					100	12.3		
					130	12.5		
					150	12.7		
比較例32	1000	3.0	—	—	20	12.7	7.28	35.2
					50	12.8		
					80	12.9		
					100	12.8		
					130	13.0		
					150	13.2		

備考) ** : 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

表 31

	部分合金 化銅粉 *	黒鉛 (g)	表面処理剤 ** (銅粉に対しwt%)	二次添加潤滑剤 (銅粉に対しwt%)	測定温度 (°C)	流動性 (sec/100g)	成形性 150°C、7ton/cm ²	
							圧粉密度 (Mg/m ³)	抜出力 (MPa)
発明例77	1000	3.0	f (0.03)	ステアリン酸リチウム (0.2)	20	11.5	7.37	19.6
					50	11.5		
					80	11.6		
					100	11.5		
					130	11.6		
					150	11.8		
比較例33	1000	3.0	—	ステアリン酸リチウム (0.2)	20	12.3	7.36	27.5
					50	12.4		
					80	12.5		
					100	12.4		
					130	12.6		
					150	12.8		
比較例34	1000	3.0	—	—	20	12.9	7.28	38.6
					50	13.0		
					80	13.1		
					100	13.0		
					130	13.2		
					150	13.4		

備考) **: 表16の表面処理剤 (表中の記号は表16の記号に対応する)

産業上での利用可能性

本発明は、常温のみならず温間においても、従来より優れた流動性及び成形性が得られる粉末冶金用鉄基粉末混合物及びその製造方法を提供する。また、これらの発明によって得た鉄基粉末混合物を用い、焼結前
5 の成形体を高密度にする成形方法も提供する。従って、本発明は、近年の高強度な焼結部材を欲する要求に十分に答えることが可能であり、産業の発達に非常に有用なものである。

請求の範囲

1. 鉄基粉末と潤滑剤と合金用粉末を含む鉄基粉末混合物であって、
前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる 1 種以上が、下
5 記の表面処理剤群のうちから選ばれる 1 種以上の表面処理剤で被覆され
た粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用
鉄基粉末混合物。

記

- 表面処理剤：オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネ
10 ート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤

2. 鉄基粉末と、該鉄基粉末に溶融して固着した潤滑剤と、該潤滑剤
により鉄基粉末に付着した合金用粉末と、遊離した潤滑剤粉末とを含む
鉄基粉末混合物であって、
15 前記鉄基粉末、潤滑剤および合金用粉末から選ばれる 1 種以上が、下
記の表面処理剤群のうちから選ばれる 1 種以上の表面処理剤で被覆され
た粉末であることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用
鉄基粉末混合物。

記

- 20 表面処理剤：オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、チタネ
ート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤

3. 前記表面処理剤に代え、鉍物油又はシリコンオイルを表面処理
剤とすることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の粉末冶金用鉄基粉末混
25 合物。

4. 前記鉍物油が、アルキルベンゼンであることを特徴とする請求項 3 記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

5. 前記オルガノアルコキシシランが、置換または非置換の有機基を有するものから選んだ 1 種以上であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

6. 前記有機基の置換基が、アクリル基、エポキシ基及びアミノ基のいずれかであることを特徴とする請求項 5 記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

7. 前記潤滑剤が、脂肪酸アミドおよび／または金属石鹼であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

15

8. 前記潤滑剤に、さらに、層状の結晶構造を有する無機化合物、層状の結晶構造を有する有機化合物、熱可塑性樹脂及び熱可塑性エラストマーから選ばれる 1 種以上を加えることを特徴とする請求項 7 記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

20

9. 前記潤滑剤に、さらに、脂肪酸を加えることを特徴とする請求項 7 又は 8 記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

25 10. 前記脂肪酸アミドが、脂肪酸モノアミド及び／又は脂肪酸ビスアミドであることを特徴とする請求項 7～9 のいずれかに記載の流動性お

よび成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

11. 前記層状の結晶構造を有する無機化合物が、黒鉛、フッ化炭素および MoS_2 から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項8～

5 10のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

12. 前記層状の結晶構造を有する有機化合物が、メラミン－シアヌル酸付加化合物及び／又はN－アルキルアスパラギン酸－ β －アルキル
10 エステルであることを特徴とする請求項8～11のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

13. 前記熱可塑性樹脂が、粒径が $30\mu\text{m}$ 以下の粉末状のポリスチレン、ナイロン、ポリエチレンおよびフッ素樹脂から選ばれる1種以上
15 であることを特徴とする請求項8～12のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

14. 前記熱可塑性エラストマーが、粒径が $30\mu\text{m}$ 以下の粉末状の熱可塑性エラストマーであることを特徴とする請求項8～12のいずれ
20 かに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

15. 前記熱可塑性エラストマーが、スチレン系熱可塑性エラストマー、オレフィン系熱可塑性エラストマー、アミド系熱可塑性エラストマーおよびシリコン系熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上である
25 ことを特徴とする請求項8～12、及び14のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物。

16. 前記遊離した潤滑剤粉末が、潤滑剤の合計重量に対して、25重量%以上、80重量%以下であることを特徴とする請求項2～15のいずれかに記載の粉末冶金用鉄基粉末混合物。

- 5 17. 鉄基粉末に、熔融した潤滑剤で合金用粉末を固着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、

前記鉄基粉末および合金用粉末に、下記潤滑剤群の中から選ばれる1種の潤滑剤を加えて混合し、混合物とする1次混合工程、

- 10 前記1次混合で得た混合物を、加えた潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を熔融する熔融工程、

前記熔融工程で得た混合物を、攪拌しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加すると共に、前記鉄基粉末の表面に熔融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着する表面処理・固着工程、

- 15 前記表面処理・固着工程で得た混合物に、さらに、下記潤滑剤群の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程
とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

- 20 潤滑剤群：脂肪酸アミド、金属石鹼、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物、及び層状の結晶構造を有する有機化合物

18. 鉄基粉末に、熔融した潤滑剤で合金用粉末を固着する粉末冶金
25 用鉄基粉末混合物の製造方法において、

前記鉄基粉末および合金用粉末に、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹼

の中から選ばれる2種の潤滑剤を加えて混合し、混合物とする1次混合工程、

前記1次混合で得た混合物を、加えたいずれかの潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を溶融する溶融工程、

- 5 前記溶融工程で得た混合物を、攪拌しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加すると共に、前記鉄基粉末の表面に溶融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着する表面処理・固着工程、

- 10 前記表面処理・固着工程で得た混合物に、さらに、前記脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹼の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程

とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

- 15 19. 鉄基粉末に、溶融した潤滑剤で合金用粉末を固着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、

前記鉄基粉末および合金用粉末に、下記潤滑剤群の中から選ばれる2種以上の潤滑剤を加えて混合し、混合物とする1次混合工程、 前記1次混合で得た混合物を、加えたいずれかの潤滑剤の融点以上に加熱しつ

- 20 つ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を溶融する溶融工程、

前記溶融工程で得た混合物を、攪拌しながら冷却し、冷却過程の100～140℃の温度域で表面処理剤を添加すると共に、前記鉄基粉末の表面に溶融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着する表面処理・固着工程、

- 25 前記表面処理・固着工程で得た混合物に、さらに、下記潤滑剤群の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程

とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

潤滑剤群：脂肪酸アミド、金属石鹼、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物、及び層状の結晶構造を有する有機化合物

20. 前記1次混合工程で加える潤滑剤を、脂肪酸アミド及び前記潤滑剤群の中から選ばれた1種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を脂肪酸アミドとすることを特徴とする請求項19に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

21. 前記1次混合工程で加える潤滑剤を、金属石鹼及び前記潤滑剤群の中から選ばれた1種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を金属石鹼とすることを特徴とする請求項19に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

22. 鉄基粉末に、熔融した潤滑剤で合金用粉末を付着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、

20 鉄基粉末および合金用粉末を表面処理剤で被覆する表面処理工程、

前記鉄基粉末及び合金用粉末に、下記潤滑剤群の中から選ばれる1種の潤滑剤を加えて混合物とする1次混合工程、

前記1次混合工程で得た混合物を、加えた潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を熔融する熔融工程、

25 前記熔融工程で得た混合物を攪拌しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に熔融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着させる固着工程、

前記固着工程で得た混合物に、さらに、下記潤滑剤群の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程
とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

5

記

潤滑剤群：脂肪酸アミド、金属石鹼、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物及び層状の結晶構造を有する有機化合物

- 10 23. 鉄基粉末に溶融した潤滑剤で合金用粉末を固着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、

鉄基粉末および合金用粉末を表面処理剤で被覆する表面処理工程、

前記鉄基粉末及び合金用粉末に、下記潤滑剤群の中から選ばれる2種以上の潤滑剤を加えて混合物とする1次混合工程、

- 15 前記1次混合工程で得た混合物を、加えたいずれかの潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を溶融する溶融工程、

前記溶融工程で得た混合物を攪拌しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に溶融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着させる固着工程、

- 20 前記固着工程で得た混合物に、さらに、下記潤滑剤群の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程
とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

記

- 25 潤滑剤群：脂肪酸アミド、金属石鹼、熱可塑性樹脂、熱可塑性エラストマー、層状の結晶構造を有する無機化合物及び層状の結晶構造を有する有機化合物

24. 鉄基粉末に、溶融した潤滑剤で合金用粉末を固着する粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法において、

鉄基粉末および合金用粉末を表面処理剤で被覆する表面処理工程、

前記鉄基粉末及び合金用粉末に、脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹼の中から選ばれる2種以上の潤滑剤を加えて混合物とする1次混合工程、

前記1次混合工程で得た混合物を、加えたいずれかの潤滑剤の融点以上に加熱しつつ攪拌し、該融点以下の潤滑剤を溶融する溶融工程、

前記溶融工程で得た混合物を攪拌しながら冷却し、前記鉄基粉末の表面に溶融した潤滑剤で前記合金用粉末を固着させる固着工程、

10 前記固着工程で得た混合物に、さらに、前記脂肪酸、脂肪酸アミド、金属石鹼の中から選ばれる1種以上の潤滑剤を加えて混合する2次混合工程

とからなることを特徴とする流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

15

25. 前記1次混合工程で加える潤滑剤を、脂肪酸アミド及び前記潤滑剤群の中から選ばれた1種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を脂肪酸アミドとすることを特徴とする請求項23に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

20

26. 前記1次混合工程で加える潤滑剤を、金属石鹼及び前記潤滑剤群の中から選ばれた1種以上とすると共に、前記いずれかの潤滑剤を金属石鹼とすることを特徴とする請求項23に記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

25

27. 前記表面処理剤が、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラ

ザン、チタネート系カップリング剤、フッ素系カップリング剤から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項17～26のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

5

28. 前記表面処理剤が、鉍物油又はシリコンオイルであることを特徴とする請求項17～26のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

- 10 29. 前記2次混合工程で加える潤滑剤の重量比率を、該潤滑剤及び前記1次混合工程で加える潤滑剤の合計重量に対し、25重量%以上、80重量%以下とすることを特徴とする請求項17～28のいずれかに記載の流動性および成形性に優れた粉末冶金用鉄基粉末混合物の製造方法。

15

30. 鉄基粉末混合物を、金型内で加圧して抜き出し、成形体とする鉄基粉末成形体の製造方法において、

- 20 前記鉄基粉末混合物に、請求項2～16のいずれかに記載のものを使用すると共に、前記金型内での該鉄基粉末混合物の温度を、該鉄基粉末混合物に含まれる潤滑剤の最低融点以上、最高融点未満の範囲とすることを特徴とする鉄基粉末成形体の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP98/01147

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁶ B22F1/02, C22C33/02		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁶ B22F1/00-1/02, 3/02, C22C33/02		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1998 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1998 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1998		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	JP, 9-104901, A (Kawasaki Steel Corp.), April 22, 1997 (22. 04. 97), Claims & WO, 98-05454, A1	1-30
X	JP, 1-255602, A (Daido Steel Co., Ltd.), October 12, 1989 (12. 10. 89), Claims ; page 2, lower left column, lines 10 to 12 (Family: none)	3
A	JP, 3-162502, A (Kawasaki Steel Corp.), July 12, 1991 (12. 07. 91), Claims (Family: none)	1-30
A	JP, 4-56702, A (Toshiba Corp.), February 24, 1992 (24. 02. 92), Claims (Family: none)	1-30
A	JP, 62-282418, A (Tohoku Kinzoku Kogyo Ltd.), December 8, 1987 (08. 12. 87), Claims (Family: none)	1-16
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search June 29, 1998 (29. 06. 98)		Date of mailing of the international search report July 7, 1998 (07. 07. 98)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))			
Int.Cl 6 B 2 2 F 1 / 0 2, C 2 2 C 3 3 / 0 2			
B. 調査を行った分野			
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))			
Int.Cl 6 B 2 2 F 1 / 0 0 - 1 / 0 2, 3 / 0 2, C 2 2 C 3 3 / 0 2			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-1998年 日本国登録実用新案公報 1994-1998年 日本国実用新案登録公報 1996-1998年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
PX	JP, 9-104901, A (川崎製鉄株式会社), 22. 4月. 1997 (22. 04. 97), 特許請求の範囲 & WO, 98-05454, A1	1-30	
X	JP, 1-255602, A (大同特殊鋼株式会社), 12. 10月. 1989 (12. 10. 89), 特許請求の範囲, 第2頁下左欄第10-12行 (ファミリーなし)	3	
A	JP, 3-162502, A (川崎製鉄株式会社), 12. 7月. 1991 (12. 07. 92), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-30	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 29. 06. 98		国際調査報告の発送日 07.07.98	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 北村 明弘	4K 8019
		電話番号 03-3581-1101	内線 3435

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 4-56702, A (株式会社東芝), 24. 2月. 1992 (24. 02. 92), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-30
A	JP, 62-282418, A (東北金属工業株式会社), 8. 12月. 1987 (08. 12. 87), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-16